



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

**ÚSTAV MECHANIKY TĚLES, MECHATRONIKY A
BIOMECHANIKY**

INSTITUTE OF SOLID MECHANICS, MECHATRONICS AND BIOMECHANICS

**ZPRACOVÁNÍ MĚŘENÍ MECHANICKÝCH
CHARAKTERISTIK MATERIÁLŮ S TVAROVOU PAMĚTÍ
NA BÁZI NITI PŘI CYKlickÉM ZATĚŽOVÁNÍ KRUTEM**

EVALUATION OF MECHANICAL CHARACTERISTICS OF SHAPE MEMORY ALLOYS UNDER CYCLIC
LOADING IN TORSION

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Roman German

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

doc. Ing. Jana Horníková, Ph.D.

BRNO 2016

Zadání bakalářské práce

Ústav:	Ústav mechaniky těles, mechatroniky a biomechaniky
Student:	Roman German
Studijní program:	Strojírenství
Studijní obor:	Základy strojního inženýrství
Vedoucí práce:	doc. Ing. Jana Horníková, Ph.D.
Akademický rok:	2015/16

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č.111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma bakalářské práce:

Zpracování měření mechanických charakteristik materiálů s tvarovou pamětí na bázi NiTi při cyklickém zatěžování krutem

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Studium chování materiálů s tvarovou pamětí na bázi NiTi zatěžovaných cyklickým krutem.

Cíle bakalářské práce:

Zpracování experimentálních výsledků únavových zkoušek materiálů s tvarovou pamětí na bázi NiTi cyklicky namáhaných krutem. Porovnání výsledků a jejich zhodnocení.

Seznam literatury:

Kohl M: Shape Memory Microactuators. Springer, 2004.

Lagoudas D.C.: Shape Memory Alloys. Modeling and Engineering Applications. Springer, 2008.

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2015/16

V Brně, dne

L. S.

prof. Ing. Jindřich Petruška, CSc.
ředitel

doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D.
děkan

Abstrakt

Náplňou tejto práce je spracovanie výsledkov únavových skúšok drôtikov vyrobených z NiTi zliatiny s tvarovou pamäťou namáhaných cyklickým krutom v symetrickom záťažovom cykle. Prvá časť je venovaná rešeršnej štúdii o NiTi zliatinách, ich správaní pri cyklickom namáhaní a o špecifikách zaťažovania prostým krutom. Druhá časť obsahuje posúdenie vplyvu tepelného spracovania a amplitúdy deformácie na schopnosť dissipovať mechanickú energiu, na zmeny vlastností a na únavovú životnosť skúšaného materiálu.

Abstract

The main aim of this thesis is to process the results of fatigue tests of wires of a NiTi shape memory alloy subjected to symmetric cyclic torsion. The first part of this work is dedicated to literature research about NiTi alloys, their response to cyclic loading and the specific features of torsion loading. The second part contains a review of the influence of heat treatment and strain amplitude on the ability to dissipate mechanical energy, changes in mechanical properties and fatigue life of the tested material.

Kľúčové slová

NiTi, tvarová pamäť, pseudoelasticita, únava, krut, Manson, disipácia energie

Key words

NiTi, shape memory, pseudoelasticity, fatigue, torsion, Manson, energy disipation

Bibliografická citácia

GERMAN, R. *Zpracování měření mechanických charakteristik materiálů s tvarovou pamětí na bázi NiTi při cyklickém zatěžování krutom*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2016. 43 s. Vedúca bakalárskej práce doc. Ing. Jana Horníková, PhD.

Prehlásenie

Prehlasujem, že som bakalársku prácu na tému „Zpracování měření mechanických charakteristik materiálů s tvarovou pamětí na bázi NiTi při cyklickém zatěžování krutem“ vypracoval samostatne pod vedením doc. Ing. Jany Horníkovéj, PhD. s použitím odbornej literatúry a prameňov vymenovaných na zozname, ktorý je uvedený na konci tejto práce.

V Brne dňa 26. 5. 2016

.....

Roman German

Pod'akovanie

Týmto sa chcem pod'akovať vedúcej mojej práce doc. Ing. Jane Horníkovej, PhD. za cenné rady a pripomienky, ktoré mi pomohli k vyhotoveniu tejto práce.

Obsah

Úvod	8
1 Zliatiny s tvarovou pamäťou.....	9
1.1 Fázová premena v NiTi zliatinách	9
1.2 Tvarová pamäť a pseudoelasticita.....	10
1.2.1 Charakteristické teploty a napätia.....	10
1.2.2 Pseudoelasticita	11
1.3 Určovanie základných charakteristík SMA zliatin.....	12
1.3.1 Určenie teplôt premeny pri nulovom napätí	13
1.3.2 Monotónne zaťažovanie pod teplotou M_f	13
1.3.3 Monotónne zaťažovanie nad teplotou A_f	14
1.3.4 Tvarová pamäť pri nenulovom napätí, fázový diagram	14
1.4 Výroba a tepelné spracovanie NiTi zliatin.....	15
2 Odozva SMA pri cyklickom zaťažovaní	16
2.1 Trénovanie SMA a dvojcestná tvarová pamäť.....	16
2.2 Únava spôsobená opakovanou fázovou transformáciou	17
2.3 Únavová životnosť NiTi zliatin s tvarovou pamäťou	17
2.3.1 Wöhlerova (S-N) krivka	18
2.3.2 Deformačný prístup a Manson-Coffinova krivka.....	19
3 Namáhanie krutom.....	20
3.1 Krútenie drôtikov z NiTi zliatiny	21
4 Experiment: cyklické zaťažovanie NiTi drôtikov krutom	23
4.1 Použité vzorky materiálu.....	23
4.2 Priebeh skúšok.....	23
5 Spracovanie výsledkov a diskusia	25
5.1 Zmeny mechanických vlastností	25
5.2 Saturované krivky	27
5.3 Disipácia energie a tlmenie vibrácií	28
5.4 Posúdenie únavovej životnosti	29
Záver	33
Zoznam použitej literatúry	34
Zoznam použitých symbolov a skratiek.....	36
Zoznam príloh	39
Príloha A – Vývoj hysterézných slučiek všetkých vzoriek	40

Úvod

Kovy a ich zliatiny boli po stáročia najpoužívanejšími konštrukčnými materiálmi a základné technológie ich spracovania ako napr. zlievanie či kovanie boli vyvinuté ešte v dobe bronzovej a neskôr železnej. Až veľký pokrok vedy a nástup nových technológií v druhej polovici minulého storočia nám však umožnil lepšie porozumieť vplyvu vnútornej štruktúry a zmien prebiehajúcich počas výrobného procesu a počas doby používania na vlastnosti a správanie materiálu. To viedlo a stále vedie k vývoju nových zliatin a materiálov, ktoré sa svojimi špecifickými mechanickými, elektrickými, magnetickými a inými vlastnosťami odlišujú od tých bežne používaných. Takéto materiály potom môžu vďaka „na mieru ušitým“ vlastnostiam presne plniť funkciu, na ktorú sú určené a kde by klasický konštrukčný materiál zlyhal.

Jeden zaujímavý typ takéhoto materiálu predstavujú zliatiny s tvarovou pamäťou, ktoré sa vyznačujú schopnosťou zapamätať si svoj pôvodný tvar pred zdeformovaním a obnoviť ho vplyvom zvýšenia teploty. Ďalšou ich zaujímavou vlastnosťou je tzv. superelasticita, čiže schopnosť vratnej elastickej deformácie až v jednotkách percent, čo je s inými kovovými materiálmi neporovnateľné. Vďaka týmto dvom vlastnostiam, spojených s dobrou schopnosťou disipovať mechanickú energiu majú zliatiny s tvarovou pamäťou obrovský potenciál využitia v leteckom priemysle, v seizmickom inžinierstve, medicíne, výrobe senzorov, aktuátorov a mnohých ďalších sférach.

Ako každý iný materiál, aj zliatiny s tvarovou pamäťou postihuje únavový proces, navyše vďaka ich osobitým vlastnostiam ide o nízkokycklovú únavu s výraznou zmenou vlastností pri prvých cykloch, pričom veľký vplyv na únavové vlastnosti má tepelné spracovanie. Táto práca je venovaná štúdiu únavy zliatiny niklu a titánu s tvarovou pamäťou zaťažovanej cyklickým krútením a vplyvu teploty žihania a amplitúdy deformácie na tento proces.

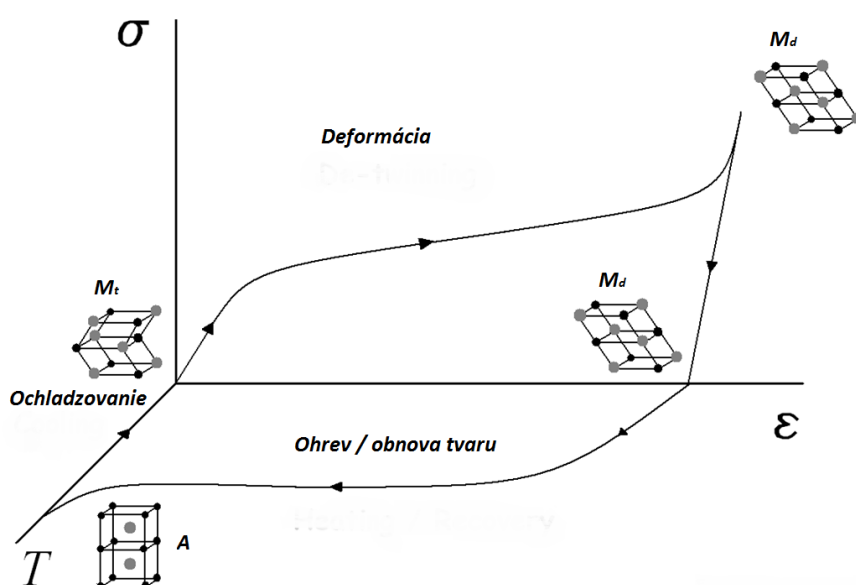
1 Zliatiny s tvarovou pamäťou

Zliatiny s tvarovou pamäťou (ďalej SMA - z angl. *Shape memory alloys*) sú špeciálnym druhom materiálov so schopnosťou obnoviť po plastickom zdeformovaní svoj pôvodný tvar pôsobením zvýšenej teploty. Pri určitých podmienkach môžu SMA dokonca absorbovať a disipovať mechanickú energiu vďaka hysteréznemu chovaniu pri opakovanej vratnej zmene tvaru pri cyklickom mechanickom zaťažovaní [1]. Tieto výnimočné charakteristiky robia z SMA materiály dobre využiteľné napr. pre výrobu snímačov a aktuátorov, tlmenie vibrácií a rôzne iné aplikácie v medicíne, leteckom priemysle atď. Najznámejšími a najpoužívannejšími SMA materiálmi sú zliatiny niklu a titanu (NiTi), preto sa v tejto práci budem ďalej zaoberať výhradne týmto typom materiálu.

1.1 Fázová premena v NiTi zliatinách

V NiTi zliatinách existujú za rôznych rovnovážnych podmienok dve základné fázy, ktoré sa líšia svojou kryštalickou mriežkou, a teda aj svojimi základnými mechanickými a fyzikálnymi vlastnosťami. Prvou z nich je vysokoteplotná fáza austenit (A) s kubickou mriežkou a druhou nízkoteplotný martenzit (M), ktorého mriežka je najčastejšie tetragonálna. Príčinou špecifických vlastností SMA materiálov je práve premena medzi týmito dvoma fázami. Táto premena sa všeobecne nazýva martenzitická premena a uskutočňuje sa bezdifúznym strihovým mechanizmom – dvojčatením, kedy dôjde k deformácii mriežky austenitu presunutím atómov z časti kryštálu o necelú medziatómovú vzdialenosť. Vzniká tak časť kryštálu symetrická k neporušenej časti podľa tzv. roviny dvojčatenia.

Martenzit môže v NiTi zliatinách existovať v dvoch základných formách: nedeformovaný (M_t - *twinned*), ktorý vzniká priamo z austenitu znížením teploty a deformovaný (M_d - *detwinned*), ktorý vzniká z nedeformovaného pôsobením napätia tak, že atómy sa orientujú jedným smerom (obr. 1.1).



Obr. 1.1: Tvarová pamäť zobrazená pomocou diagramu napätie - deformácia - teplota. σ – pôsobiace napätie, ε – deformácia, T - teplota

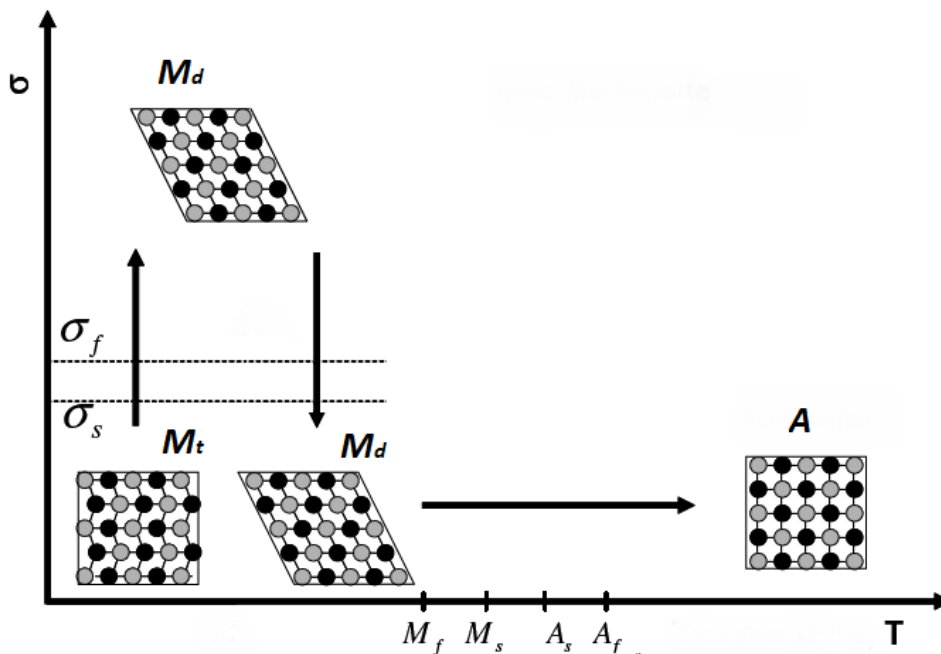
1.2 Tvarová pamäť a pseudoelasticita

Efekt tvarovej pamäte v NiTi zliatinách je zobrazený na obr. 1.1. Pri pôsobení napätia sa atómy martenzitu postupne orientujú jedným smerom, čo sa navonok prejaví zmenou tvaru NiTi telesa. Po odstránení zaťaženia elastická zložka deformácie zanikne a materiál ostáva splastizovaný, pričom štruktúru tvorí deformovaný martenzit. Ak zvýšime teplotu, martenzit sa mení na austenit a dochádza k obnove pôvodného tvaru telesa. Pri následnom ochladení sa austenit zmení na martenzit, ktorý je nedeformovaný a k ďalšej zmene tvaru nedochádza. Pre popis SMA materiálov sú dôležité teploty a napätia, pri ktorých k týmto premenám dochádza.

1.2.1 Charakteristické teploty a napätia

Ochladzovaním NiTi zliatin pri nulovom mechanickom zaťažení začína transformácia z austenitu na nedeformovaný martenzit pri teplote martenzit start - M_s a končí pri teplote martenzit finish - M_f , kedy je materiál kompletne tvorený fázou M_t . Podobne spätná transformácia $A \rightarrow M$ pri ohreve začína pri teplote A_s a končí pri A_f , kedy je jedinou prítomnou fázou austenit.

Ak materiál naopak mechanicky zaťažujeme pri konštantnej teplote nižšej ako M_f , proces „oddvojčatenia“ martenzitu začne a končí pri určitej hodnote napätia. Tieto hodnoty sa nazývajú *detwinning start stress* – σ_s a *detwinning finish stress* – σ_f . Uvedené napätia a teploty sú znázornené na obr. 1.2.

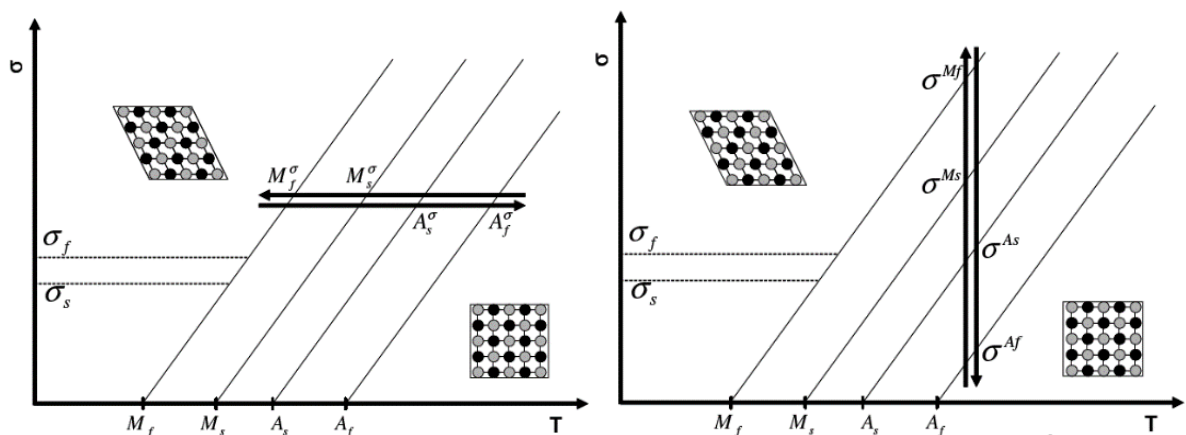


Obr. 1.2: Tvarová pamäť na σ - T diagrame. Sú vyznačené teploty a napätia charakteristické pre premeny v SMA materiále

Je potrebné vedieť, že NiTi zliatiny sú extrémne citlivé na zmenu chemického zloženia. To ovplyvňuje hlavne teploty transformácie a aj nepatrná zmena pomeru obsahu Ni a Ti môže znamenať značné rozdiely. Vo všeobecnosti platí, že pri obsahu Ni menšom ako 50 % sú tieto teploty prakticky nezávislé na zložení a ostávajú na svojich maximálnych hodnotách [2]. Ak však obsah niklu stúpa nad 50 % na úkor titánu, teploty premeny prudko klesajú. Teploty premeny možno ovplyvniť aj pridávaním iných prvkov do NiTi systému, avšak väčšina z nich má rovnaký efekt ako zvyšovanie obsahu niklu. Jediné legúry, ktoré zvyšujú teploty premeny sú zlato, platina, paládium a hafnium, a aj to (okrem Au) až pri vysokých koncentráciách týchto prvkov, čo je v praxi veľmi drahé a často sa nevyužíva.

1.2.2 Pseudoelasticita

Teploty M_s , M_f , A_s , A_f sme definovali pri nulovom zaťažení. Ak však skúmame materiál ohrievaný a ochladzovaný za pôsobenia konštantného nenulového napätia σ , zistíme rozdielne hodnoty týchto charakteristických teplôt (M_s^σ , M_f^σ , A_s^σ , A_f^σ). Je zistené, že závislosť týchto teplôt na napätí je približne lineárna [1], ako je naznačené na obr. 1.3a. Tento obrázok predstavuje tzv. fázový diagram, pomocou ktorého môžeme určiť, v akej fáze sa materiál za daných podmienok (teplota, napätie) nachádza.



Obr. 1.3: a) teplotný cyklus pri nenulovom napätí, b) zaťaženie pri teplote nad A_f – vznik pseudoelasticity

Premenu austenitu na martenzit je možné realizovať aj za konštantnej teploty vyššej ako A_f , a to pôsobením dostatočne veľkého napätia (obr. 1.3b). Vtedy pozorujeme tzv. pseudoelasticitu, čo je nelineárne správanie materiálu spôsobené fázovou premenou $A \rightarrow M$ a opačne, vyvolanou zmenou napätia. Túto nelinearitu veľmi zjednodušene popisuje obr. 1.4, ktorý zobrazuje schému závislosti napätia a deformácie NiTi telesa zaťažovaného pri teplote $T > A_f$ postupne z nulového napätia (a) až na napätie dostatočne nad σ^{Mf} (d) a naspäť. Medzi bodmi a a b deformácia rastie lineárne podľa Hookovho zákona:

$$\sigma = E_A \cdot \varepsilon \quad (1)$$

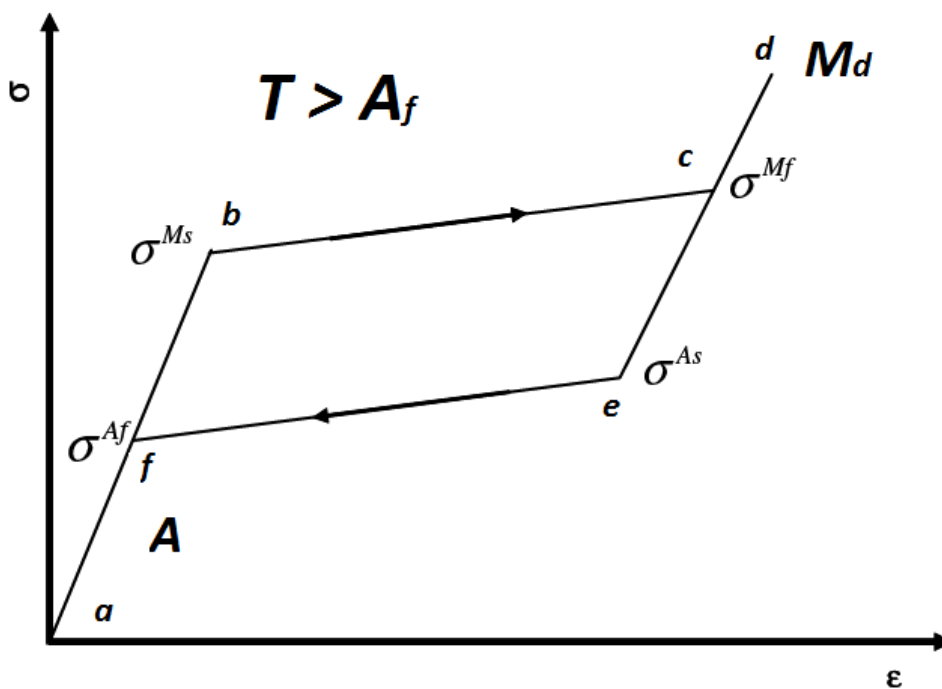
kde E_A je Youngov modul austenitu. V bode b pri napätí σ^{Ms} začne vznikať martenzit, ktorého podiel sa zvyšuje až do bodu c , kde je napätie σ^{Mf} . V tejto oblasti pozorujeme veľký nárast deformácie pri malom zvýšení napätia, vzniká tzv. horné plató.

Odtiaľ až po bod e platí teoreticky opäť Hookov zákon, pričom namiesto E_A dosadíme Youngov modul martenzitu E_M :

$$\sigma = E_M \cdot \varepsilon \quad (2)$$

Pri znižovaní napätia deformácia lineárne klesá podľa rovnice (2) až po napätie σ^{As} (e), kde začína spätná transformácia na austenit. V diagrame medzi bodmi e a f vzniká tzv. dolné plató. Premena končí v bode f pri napätí σ^{Af} , odkiaľ zase deformácia klesá v závislosti na napätí podľa rovnice (1) až po nulovú hodnotu napätia.

Vzhľadom k tomu, že napätia začiatku a konca priamej a spätnej transformácie si nezodpovedajú, vzniká v σ - ε diagrame hysterézná slučka, ktorá reprezentuje energiu disipovanú počas cyklu. Veľkosť tejto slučky sa mení v závislosti na materiáli a podmienkach zaťažovania.



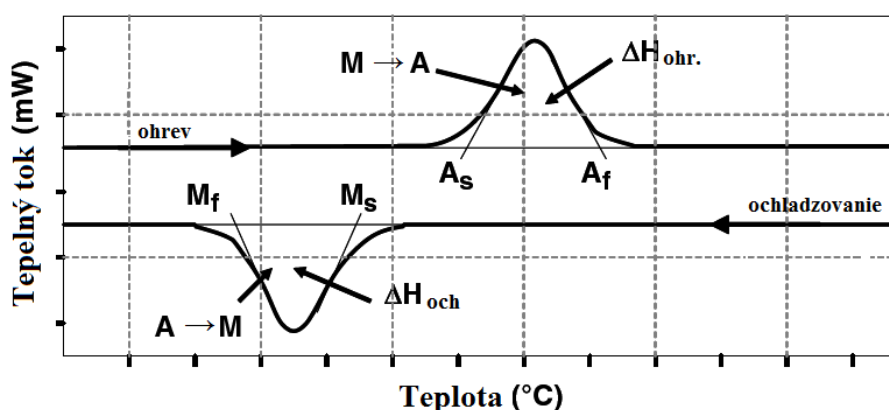
Obr. 1.4: Zjednodušená schéma σ - ε diagramu NiTi zliatiny

1.3 Určovanie základných charakteristík SMA zliatin

Aby sme vedeli odhadnúť, či je daná NiTi zliatina vhodná pre danú aplikáciu, je nutné poznať jej odozvu na tepelné a mechanické zaťažovanie. K tomu je potrebné určiť kritické napätia a teploty, pri ktorých dochádza k fázovým premenám pomocou niekoľkých materiálových testov. Tieto výsledky sa potom využívajú pre konštrukciu fázového diagramu (viď kap. 1.2.2).

1.3.1 Určenie teplôt premeny pri nulovom napätí

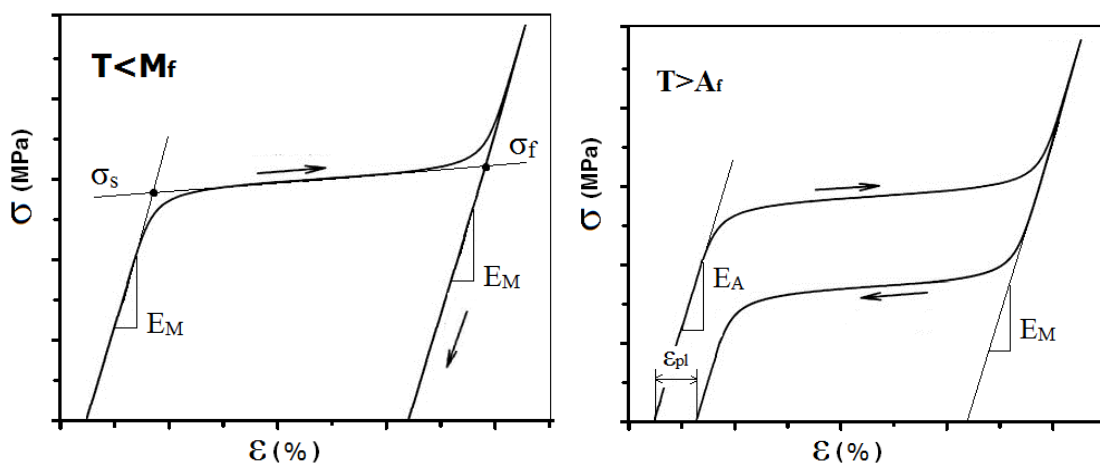
Premena austenitu na martenzit, resp. naopak je spojená s uvoľňovaním, resp. pohlcovaním latentného tepla ΔH . Preto sa k určeniu teplôt M_s , M_f , A_s , A_f s výhodou používa tzv. DSC test (z angl. *DSC – Differential scanning calorimeter*), kde sa zaznamenáva tok uvoľňovaného tepla pri rastúcej, resp. klesajúcej teplote. Výsledkom je graf podobný tomu na obr. 1.5, na ktorom je jasne vidieť rozsah teplôt, kedy premena prebieha. Kritické teploty sa určia pomocou dotyčníc [1].



Obr. 1.5: Určenie teplôt premeny pomocou DSC testu

1.3.2 Monotónne zaťažovanie pod teplotou M_f

Vlastnosti martenzitu ako jeho Youngov modul pružnosti a kritické napätia σ_s a σ_f sa určujú pomocou klasickej skúšky ťahom pri teplote nižšej ako je teplota M_f určená DSC testom. Pred skúškou sa materiál najprv ohreje na teplotu vyššiu ako A_f , aby sa odstránila akákoľvek deformácia spôsobená prítomnosťou „oddvojitého“ martenzitu [1] a potom nasleduje ochladenie na $T < M_f$.



Obr. 1.6: Určovanie vlastností a) martenzitu, b) austenitu

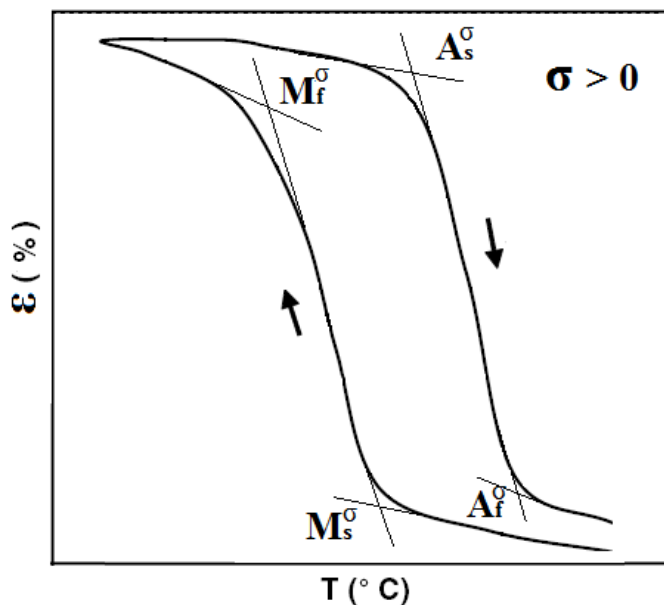
Samotná skúška spočíva v zaťažovaní materiálu, ktorý sa nachádza v plne martenzitickom stave, až pokiaľ neprebehne úplné „oddvojčatenie“ martenzitu. Skúšobné teleso je potom odľahčené a nakoniec opäť zahriate nad teplotu A_f , aby sa zistila prípadná nevratná deformácia. Pomocou dotyčníc môžeme z ťahového diagramu zistiť napätia σ_s a σ_f , takisto ako Youngov modul martenzitu E_M (obr. 1.6a).

1.3.3 Monotónne zaťažovanie nad teplotou A_f

Ak je rovnaká ťahová skúška prevedená pri teplote vyššej ako A_f , kedy materiál vykazuje pseudoelastické správanie, môžeme zistiť Youngov modul Austenitu E_A , a to rovnakým spôsobom ako v prípade martenzitu (obr. 1.6b). Napätie zvyšujeme až dovtedy, pokiaľ neprebehne úplná fázová premena austenitu na martenzit. Ak je to potrebné, dá sa podobnou skúškou zistiť aj medza klzu, prípadne medza pevnosti materiálu, avšak teplota, pri ktorej sa skúška prevádza, musí byť dostatočne vysoko nad A_f , aby ani pri veľkom zaťažení nedošlo k fázovej premene [1].

1.3.4 Tvarová pamäť pri nenulovom napätí, fázový diagram

Aby sme mohli zostrojiť fázový diagram, ktorý popisuje existenciu fáz za rôznych termomechanických podmienok, potrebujeme ešte určiť teploty premeny M_s^σ , M_f^σ , A_s^σ , A_f^σ pri nejakom konštantnom nenulovom napätí σ , čo dosiahneme ohrevom a ochladzovaním skúšobného NiTi telesa pri pôsobení tohto napätia (vid' kap. 1.2.2). Z výsledného diagramu T - ε sa tieto teploty určia opäť s použitím dotyčnicovej metódy (obr. 1.7). Lineárnu závislosť transformačného napätia na teplote dostaneme preložením týchto dát a dát získaných z DSC testu priamkou [1]. Pridaním hodnôt σ_s a σ_f , ktoré sú na teplote prakticky nezávislé získame fázový diagram podobný tomu na obr. 1.3.



Obr. 1.7: Zisťovanie teplôt premeny pri nenulovom konštantnom napätí

1.4 Výroba a tepelné spracovanie NiTi zliatin

Výroba NiTi zliatin je relatívne zložitý proces, pretože titán má vysokú afinitu ku kyslíku. Keďže kyslík má veľmi nepriaznivý vplyv na martenzitickú transformáciu, proces tavenia prebieha zvyčajne vo vákuových peciach, čo značne zvyšuje cenu týchto materiálov.

Následné tvárnenie, či už za tepla (valcovanie plechov) alebo za studena (ťahanie drôtov), môže významne ovplyvniť správanie tohto typu materiálu. Pri týchto procesoch vznikajú trvalé deformácie, ktoré vedú k vzniku vnútorných pnutí a zároveň menia mikroštruktúru. Rastie hustota dislokácií a fázová premena je značne obmedzená, preto NiTi zliatiny po tvárnení nevykazujú požadovanú pseudoelasticitu či tvarovú pamäť [2]. K vyriešeniu tohto problému je potrebné tepelné spracovanie, najmä žihanie.

Cieľom žihania je znížiť množstvo defektov, hlavne dislokácií, aby bol umožnený správny priebeh fázovej premeny, ale je tiež nutné, aby si materiál zachoval potrebnú pevnosť. To dosiahneme tak, že nejaké dostatočné množstvo defektov v matrici zachováme. Preto je správna voľba teploty a doby trvania procesu žihania kľúčová a závisí na plánovanej aplikácii zliatiny. Napríklad L'excellent vo svojej práci [2] udáva, že pre aplikácie, kde je zliatina podrobená vyššiemu napätiu s iba malou hodnotou deformácie, je vhodné žihanie na teplote cca. 400 °C po dobu niekoľko minút. Ak naopak chceme väčšie deformácie pri nižšom napätí, môžeme žihať na vyššej teplote (asi 500 °C) s dobou trvania presahujúcou 10 minút.

Čo sa týka vplyvu teploty žihania na únavovú životnosť NiTi zliatiny, existuje na túto tému viacero prác, napr. [3, 4]. Únavové skúšky sa ale vo väčšine týchto prípadov robili za veľmi špecifických podmienok ťažko zrovnateľných či už medzi sebou, alebo s našim experimentom. Navyše bol dôraz kladený na analýzu mikroštruktúry vzoriek materiálu, čo nie je cieľom tejto práce. Vo všetkých prípadoch boli ale rozdiely medzi rôzne tepelne spracovanými vzorkami zrejmé, čo dokazuje, že správna voľba technológie konečného tepelného spracovania je pre praktické aplikácie NiTi zliatin s tvarovou pamäťou dôležitá.

2 Odozva SMA pri cyklickom zaťažovaní

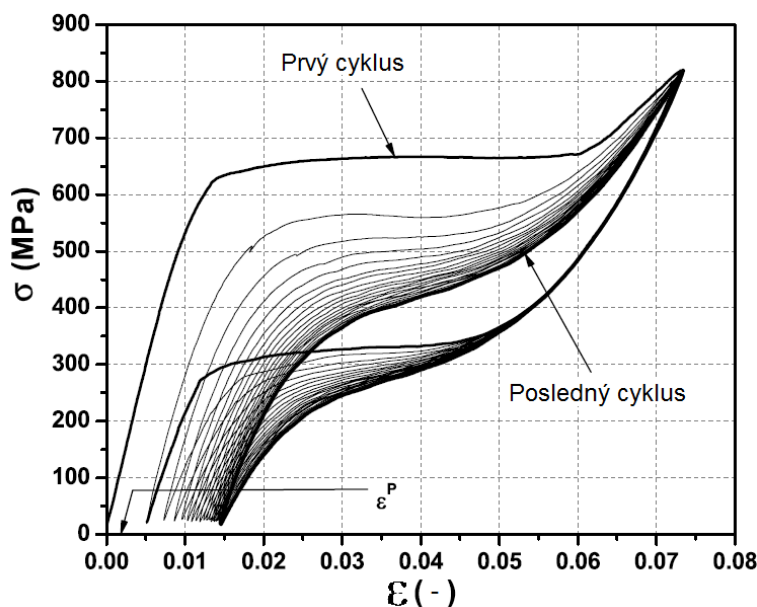
2.1 Trénovanie SMA a dvojcestná tvarová pamäť

V predchádzajúcich kapitolách sme sa už zaoberali tzv. jednocestnou tvarovou pamäťou, kedy sa materiál zdeformovaný pôsobením vonkajšieho mechanického zaťaženia po zahriatí vrátil do pôvodného stavu. Niekedy však môžeme u SMA zliatin pozorovať opakovateľné zmeny tvaru aj bez pôsobenia napätia, a to ak sú vystavené cyklickému teplotnému zaťažovaniu. Toto správanie sa označuje termínom dvojcestná tvarová pamäť. Spôsob, ako tohto efektu dosiahnuť, sa nazýva trénovanie materiálu a spočíva v termomechanickom cyklovaní po určitej záťažnej dráhe [1]. Tento proces vedie pri vyššom počte cyklov k zmenám v mikroštruktúre, čo spôsobuje trvalé zmeny v správaní materiálu.

Princíp vytrénovania SMA zliatiny na báze NiTi mechanickým zaťažením pri konštantnej teplote vyššej ako A_f je zobrazený na obr. 2.1 [1]. Pri prvom zaťažovacom cykle pozorujeme po odľahčení istú malú hodnotu nevratnej plastickej deformácie. Určitá nevratná deformácia sa objaví po každom prebehnutom cykle a tým dochádza k jej akumulácii. Hodnota deformácie, ktorá pribúda v jednotlivých cykloch sa s ich rastúcim počtom postupne znižuje, až nakoniec prírastok prakticky vymizne a dôjde k saturácii.

Na obr. 2.1 je tiež možné vidieť, že v priebehu trénovania materiálu sa horné plató napätia s rastúcim počtom cyklov znižuje, teda dochádza k určitému cyklickému zmäkčeniu. Tento efekt má tiež saturujúci priebeh a po určitom počte cyklov sa ustáli rovnako ako akumulácia plastickej deformácie.

Podobné správanie materiálu je možné dosiahnuť takisto cyklickým teplotným zaťažovaním alebo kombináciou teplotného a mechanického zaťažovania [1]. Z obrázku 2.1 je takisto zrejmé, že oblasť ohraničená hysteréznymi slučkami, sa so zvyšujúcim počtom cyklov znižuje, čo znamená, že schopnosť materiálu dissipovať mechanickú energiu postupne klesá.



Obr. 2.1: Trénovanie NiTi vzorku (50 cyklov) pri konštantnej teplote [1]

2.2 Únava spôsobená opakovanou fázovou transformáciou

Väčšina súčiastok, na výrobu ktorých sa používajú NiTi zliatiny s tvarovou pamäťou je počas svojej prevádzky podrobená veľkému počtu cyklov, kde opakovane prebieha priama a spätná fázová premena medzi austenitom a martenzitom, či už vplyvom napätia alebo teploty. Už vieme, že tieto procesy vedú k zmenám v mikroštruktúre materiálu, a teda aj k zmenám jeho vlastností, vrátane tých, ktorými sa SMA odlišujú od bežne používaných materiálov. Preto je u NiTi zliatin veľmi dôležité sa zaoberať ich odozvou na cyklické zaťažovanie.

V tejto práci sa budem ďalej sústrediť na únavu spôsobenú mechanickým zaťažovaním pri konštantnej teplote vyššej ako A_f . Za takých podmienok môže materiál pracovať v troch režimoch. Prvou možnosťou je čisto elastický režim, kedy sa napätie a deformácia pohybujú v oblasti platnosti Hookovho zákona pre austenit z rovnice (1) a fázová premena vôbec nenastáva. Príčinou únavového porušenia takto namáhanej zliatiny je cyklická plastická deformácia. Jej amplitúda je tak malá, že jednosmerná neopakovaná deformácia tejto veľkosti by nevedla prakticky k žiadnym makroskopickým zmenám materiálu, ani k zmenám jeho vlastností [2]. Mnohonásobné opakovanie tejto malej deformácie však vedie ku kumulatívne poškodzovaniu, ktoré končí únavovým lomom. Jedná sa teda o klasickú vysokocyklovú únavu a NiTi zliatina je schopná vydržať aj cca. 10^7 cyklov do lomu [1], čo je porovnateľné s bežne používanými konštrukčnými ocelami.

Ak však pôsobiace napätie dosahuje hodnoty, pri ktorých za danej teploty dochádza k fázovej premene, situácia sa výrazne mení. Obecne môžu nastať dva prípady, keď dochádza k čiastočnej ($\sigma^{Ms} < \sigma_{max} < \sigma^{Mf}$) alebo úplnej ($\sigma_{max} > \sigma^{Mf}$) premene austenitu na martenzit. V NiTi zliatine v oboch variantoch dochádza k zmenám vlastností popísaných v kapitole o tréovaní materiálu a pri vyššom počte cyklov tento proces vedie k vzniku a šíreniu únavovej trhliny a nakoniec aj k lomu. V takých prípadoch už musíme hovoriť o nízkokycklovej únave, nakoľko sa počet cyklov do lomu pohybuje rádovo v tisícoch. V tom či ale nastáva úplná alebo len čiastočná transformácia na martenzit je značný rozdiel, pretože únavová životnosť môže byť v prípade čiastočnej premeny niekoľkonásobne nižšia ako pri premene úplnej [1].

2.3 Únavová životnosť NiTi zliatin s tvarovou pamäťou

Únavové poškodzovanie materiálu, nech už je spôsobené akýmkoľvek mechanizmom, vedie k obmedzeniu jeho životnosti. V praxi je dôležité vedieť predpovedať, akú dobu prevádzky prípadne aký počet pracovných cyklov daná súčiastka vydrží, pokiaľ nedôjde k jej trvalému porušeniu alebo k neprípustnej zmene jej mechanických vlastností. Výnimkou v tomto smere nie sú ani NiTi zliatiny s tvarovou pamäťou. Dobrý odhad k návrhu materiálu pre danú aplikáciu poskytujú krivky životnosti, ktoré dávajú do súvisu amplitúdu napätia alebo deformácie s počtom cyklov, pri ktorom sa materiál poruší.

2.3.1 Wöhlerova (S-N) krivka

Najstaršou a najpoužívanejšou krivkou životnosti je Wöhlerova krivka, ktorá predstavuje závislosť amplitúdy pôsobiaceho napätia σ_a na počte cyklov do lomu N_f . Hodnoty pre konštrukciu tejto krivky sa získavajú z únavových skúšok, kde je hladké skúšobné teleso vystavené cyklickému namáhaniu ťahom-tlakom, krutom alebo ohybom za rotácie. Ide o tzv. mäkké zaťažovanie, kedy je udržiavaná konštantná hodnota amplitúdy napätia.

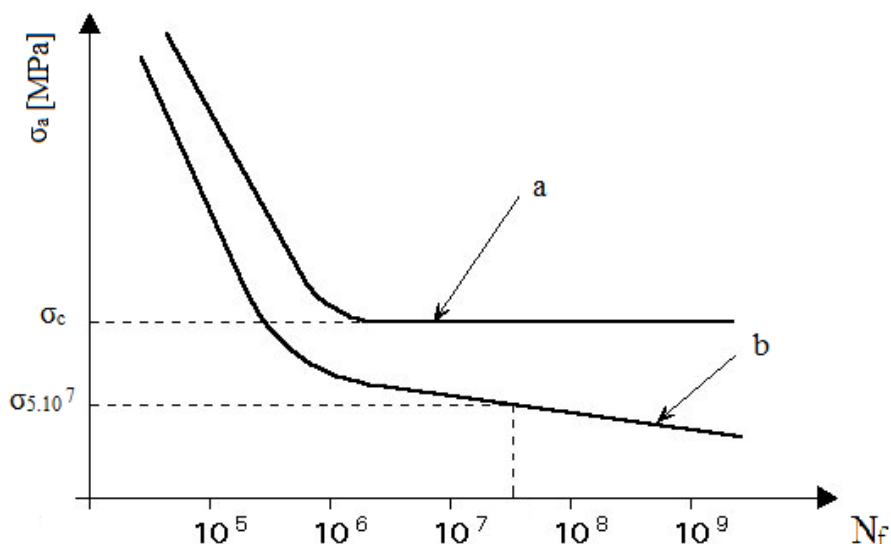
Krivka môže byť zostrojená pre rôzne hodnoty stredného napätia σ_m , ktoré ovplyvňuje jej priebeh, obvykle sa však experimentálne zisťujú iba dve závislosti, a to pre symetrický cyklus ($\sigma_a = 0$) a pre miznúci cyklus v ťahu ($\sigma_m = 0$). Pre symetrický cyklus túto krivku popisuje exponenciálna rovnica, tzv. Basquinova závislosť:

$$\sigma_a = \sigma'_f (2N_f)^b \quad (3)$$

N_f v tomto vzťahu predstavuje počet cyklov do lomu, σ'_f tzv. koeficient únavovej pevnosti udávaný v MPa a b je (bezrozmerný) exponent únavovej pevnosti.

Wöhlerova krivka sa najčastejšie zobrazuje v semilogaritmických súradniciach, kde je na vodorovnej osi použitá logaritmická mierka. Dva príklady takejto krivky sú na obr. 2.2. Krivka typu *a* je typická napr. pre oceli a vyznačuje sa tým, že pri zvyšujúcom sa počte cyklov do lomu sa amplitúda napätia asymptoticky blíži k istej hodnote, ktorú nazývame medza únavy (σ_c), a to pri cca. $10^6 - 10^7$ cyklov. To znamená, že po prekročení tohto počtu cyklov sa amplitúda potrebná k porušeniu materiálu neznižuje a životnosť materiálu, ktorý vydrží tento počet cyklov je teoreticky nekonečná.

Krivka typu *b* je charakteristická napr. pre kovy a zliatiny s plošne centrovanou kubickou kryštalickou mriežkou (FCC). U týchto kovov amplitúda klesá aj pre vysoký počet cyklov a žiadnej nenulovej hodnoty sa asymptoticky nepribližuje. Za zmluvnú hodnotu medze únavy u tohto typu materiálu používame hodnotu amplitúdy napätia, pri ktorej je dosiahnutý presne stanovený počet cyklov do lomu, najčastejšie to býva $5 \cdot 10^7$ cyklov.



Obr. 2.2: Wöhlerova krivka a) s výraznou medzou únavy, b) bez výraznej medze únavy

2.3.2 Deformačný prístup a Manson-Coffinova krivka

Wöhlerova krivka, ktorá používa k stanoveniu únavovej životnosti napät'ový prístup, dobre popisuje najmä oblasť vysokocyklovej únavy. Drvivá väčšina aplikácií NiTi zliatin však využíva práve vlastnosti, ktorými sa odlišujú od bežných materiálov, menovite pseudoelasticitu a tvarovú pamäť. Na to, aby sa tieto vlastnosti prejavili, musí v NiTi zliatinách opakovane prebiehať fázová premena austenitu na martenzit a naopak, čo - ako už vieme - je príčinou nízkocyklovej únavy. Počas premeny vyvolanej pseudoelastickým zaťažovaním vzniká navyše v závislosti napätia na deformácii plató napätia, ináč povedané napätie je takmer konštantné pre veľký rozsah deformácií. Dôsledkom toho je fakt, že výsledky z testov s riadenou amplitúdou napätia sú menej vierohodné [5]. Preto sa pre popis životnosti týchto zliatin ponúka použiť deformačný prístup, ktorý je pre nízkocyklovú únavu NiTi vhodnejší.

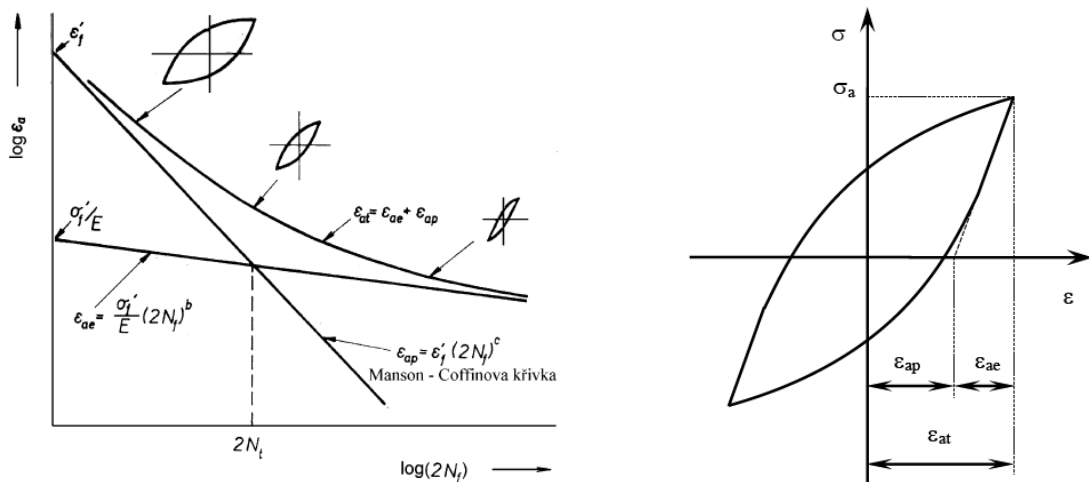
Deformačný prístup koreluje počet cyklov do lomu s amplitúdou plastickej deformácie. K stanoveniu závislosti týchto dvoch veličín sa používajú skúšky s riadenou deformáciou, tzv. tvrdé zaťažovanie. Najznámejšou krivkou životnosti využívajúcou tento prístup je Manson-Coffinova krivka, ktorú popisuje vzťah:

$$\varepsilon_{a,pl} = \varepsilon'_f \cdot (2N_f)^c \quad (4)$$

$\varepsilon_{a,pl}$ značí amplitúdu plastickej deformácie, ε'_f koeficient únavovej ťažnosti a c analogicky exponent únavovej ťažnosti. Manson-Coffinova formula popisuje iba vplyv plastickej zložky deformácie, preto sa často pridáva vplyv elastickej zložky vyjadrený z Basquinovho vzťahu (3). Závislosť amplitúdy celkovej deformácie na počte cyklov do lomu má potom tvar:

$$\varepsilon_{a,t} = \varepsilon_{a,el} + \varepsilon_{a,pl} = \frac{\sigma'_f}{E} \cdot (2N_f)^b + \varepsilon'_f \cdot (2N_f)^c \quad (5)$$

Takúto krivku graficky popisuje obr. 2.3 [6]. V rovnici (5) však vystupuje iba jeden Youngov modul pružnosti E , čiže jej použitie je v podstate obmedzené pre lineárne elastické materiály. Zliatiny NiTi s tvarovou pamäťou ale vykazujú vďaka fázovej transformácii vyvolanej mechanickým pôsobením nelineárne superelastické chovanie, čo je problém. Na obr. 2.3 si však môžeme všimnúť, že v prípade nízkocyklovej únavy má elastická zložka na celkovú krivku zanedbateľný vplyv, preto sa v prípade NiTi zliatiny zaťažovanej napätím vyšším ako σ^{Ms} pre danú teplotu zameráme na závislosť (4).



Obr. 2.3: Vplyv elastickej a plastickej zložky na celkovú krivku únavovej životnosti $\varepsilon_a - N_f$ [6]

3 Namáhanie krutom

Táto práca je zameraná na cyklické zaťažovanie NiTi drôtikov krútením, preto je ešte potrebné podrobnejšie opísať tento druh namáhania a špecifikovať ho pre materiály s tvarovou pamäťou.

Ak je prútové teleso namáhané prostým krutom, znamená to, že výslednicu vonkajšieho zaťaženia tvorí silová dvojica, ktorá vytvára krútiaci moment M_k v ose telesa. Pri krútení prútu s kruhovým prierezom znázorneným na obr. 3.1 pozorujeme, že:

- pričné prierezy sa iba vzájomne natáčajú okolo strednice prútu bez následnej deformácie,
- vzdialenosť medzi prierezmi po skrútení nezmení,
- všetky povrchové priamky čelného prierezu sa natočia o rovnaký uhol φ , ktorý nazývame uhol skrútenia [7].

Pri namáhaní prostým krutom tiež platí, že napätie vznikajúce v priečnom priereze má nulovú normálovú zložku, hovoríme teda o šmykovom napätí τ . Toto napätie lineárne závisí na vzdialenosti od osi r a platí:

$$\tau = \frac{M_k}{J_p} r \quad (6)$$

kde J_p je polárny kvadratický moment kruhového prierezu, rovný:

$$J_p = \frac{\pi \cdot R^4}{2} \quad (7)$$

Je teda zrejmé, že maximálne šmykové napätie vzniká na povrchu telesa a je rovné:

$$\tau_{max} = \frac{M_k}{J_p} R \quad (8)$$

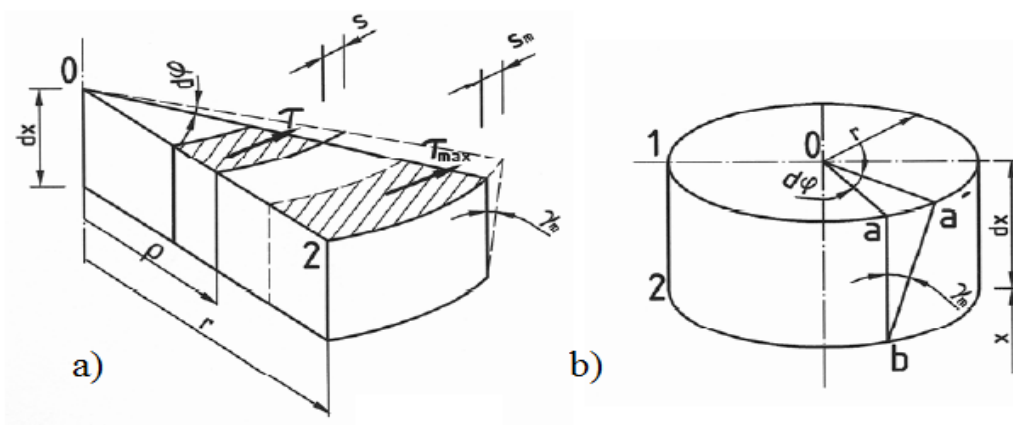
kde R je polomer prútu.

Ďalej sa zavádza tzv. pomerný uhol skrútenia ϑ na jednotku dĺžky:

$$\vartheta = \frac{d\varphi}{dx} \quad (9)$$

Relatívnu deformáciu pri namáhaní krutom predstavuje uhlové pretvorenie γ . To vypočítame vynásobením pomerného uhlu skrútenia vzdialenosťou od osi:

$$\gamma = r \cdot \vartheta = r \frac{d\varphi}{dx} \quad (10)$$



Obr. 3.1: Krútenie prútu kruhového prierezu: a) šmykové napätie, b) uhlové pretvorenie [8]

Uhlové pretvorenie je teda po priecnom priereze rozložené lineárne s nulovou hodnotou na strednici. Jeho maximálnu hodnotu dostaneme zo vzťahu:

$$\gamma_{max} = R \cdot \vartheta = R \frac{\varphi}{L} \quad (11)$$

kde L je dĺžka krútenej časti prútu a φ je vzájomné natočenie koncových prierezov tejto časti.

Ak je materiál zaťažovaný v elastickej oblasti, platí Hookov zákon pre šmykové napätie:

$$\tau = G \cdot \gamma \quad (12)$$

pričom G je modul pružnosti v šmyku, ktorý je obdobou Youngovho modulu z rovníc (1) a (2). Takisto je možné vytvoriť Basquinovu a Manson-Coffinovu závislosť pre krut [10]:

$$\gamma_{a_t} = \gamma_{a_{el}} + \gamma_{a_{pl}} = \frac{\tau_f}{G} \cdot (2N_f)^b + \gamma_f' \cdot (2N_f)^c \quad (13)$$

Koeficienty b a c však v tomto prípade nie sú rovné hodnotám v rovnici (5).

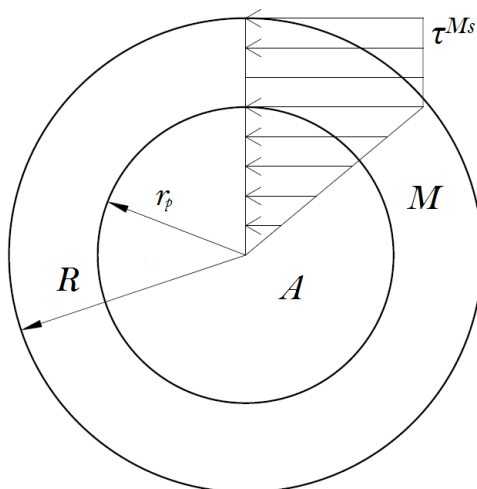
3.1 Krútenie drôťkov z NiTi zliatiny

Teraz uvažujme zjednodušený model drôťku [2] vyrobeného zo zliatiny NiTi a vystaveného prostému krutu pri teplote vyššej ako A_f . Ak budeme postupne zvyšovať krútiaci moment z nulovej hodnoty, materiál bude kompletne v austenitickom stave a závislosť napätia a deformácie bude lineárna podľa Hookovho zákona (12), pričom modul pružnosti v šmyku G bude rovný hodnote pre austenit G_A . Závislosť krútiaceho momentu a pomerného uhlu skrútenia bude tiež lineárna:

$$M_k = \frac{\pi \cdot R^4}{2} \cdot G_A \cdot \vartheta \quad (14)$$

To bude platiť až do okamihu, kedy šmykové napätie na plášti drôťku nedosiahne kritickú hodnotu τ^{Ms} , pri ktorej začne fázová transformácia na martenzit. Vtedy bude krútiaci moment rovný:

$$M_k^{Ms} = \frac{\pi \cdot R^3}{2} \cdot \tau^{Ms} \quad (15)$$



Obr. 3.2: Priebeh napätia v priereze pseudoelasticky krúteného NiTi drôťku

Ak budeme moment ešte zvyšovať, napätie nebude ďalej stúpať a jeho hodnota ostane na úrovni τ^{Ms} . Oblasť existencie austenitu sa ale bude znižovať a jej polomer r_p bude klesať z hodnoty polomeru drôťiku R až do nuly. Krútiaci moment cez celý kruhový prierez definujeme ako:

$$M_k = 2\pi \int_0^R \tau \cdot r^2 dr \quad (16)$$

Napätie v priereze v závislosti na vzdialenosti od osi drôťiku bude podľa obr. 3.2:

$$\tau(r) = \begin{cases} \frac{r}{r_p} \tau^{Ms} & \text{pre } r < r_p \\ \tau^{Ms} & \text{pre } r_p \leq r \leq R \end{cases} \quad (17)$$

Celkový krútiaci moment teda spočítame podľa vzorca:

$$M_k = 2\pi \cdot \left(\int_0^{r_p} \frac{\tau^{Ms}}{r_p} \cdot r^3 dr + \int_{r_p}^R \tau^{Ms} \cdot r^2 dr \right) \quad (18)$$

Na konci premeny je celý prierez tvorený martenzitom a pri ďalšom zaťažovaní moment rastie opäť lineárne a platí Hookov zákon pre martenzit.

Pri odľahčovaní potom moment klesá zase lineárne až po hodnotu M_k^{As} , ktorá zodpovedá napätiu spätnej premeny na austenit. Počas premeny, keď sa od stredu začne formovať austenitické jadro, ktoré bude so znižovaním zaťaženia rásť smerom k povrchu, je závislosť momentu na pomernom uhle skrútenia opäť nelineárna. Po tom, ako moment klesne pod hodnotu, kedy je opäť celý prierez tvorený austenitom, platí až do nuly závislosť (14).

Tento jednoduchý analytický model počíta s tým, že počas celej premeny je napätie v martenzitikej časti konštantné, čo v skutočnosti nie je úplne presné. Uvádžam ho preto, že dobre ilustruje postupný priebeh fázovej premeny na martenzit smerom od povrchu drôťiku k jadru a spätnej premeny naopak od jadra k povrchu.

4 Experiment: cyklické zaťažovanie NiTi drôťkov krutom

4.1 Použité vzorky materiálu

Ako skúšobné telesá v našom experimente bolo 7 za studena ťahaných drôťkov vyrobených z NiTi zliatiny s tvarovou pamäťou s chemickým zložením 50 at. % Ni. Priemer drôťkov bol vo všetkých prípadoch 3,81 mm.

Vzorky boli rozdelené do dvoch skupín, a to podľa tepelného spracovania, ktoré skúškam predchádzalo. Tri z nich (označené ako skupina A) boli vyžihané na 400 °C a ďalšie štyri (skupina B) podstúpili žihanie na teplotu 450 °C.

4.2 Priebeh skúšok

Podstatou nášho experimentu bolo izotermické cyklické zaťažovanie NiTi drôťkov striedavým symetrickým krutom až do lomu. Išlo o tvrdý zaťažovací mód, čiže s konštantnou amplitúdou deformácie a všetky skúšky prebiehali pri normálnej laboratórnej teplote (vyššej ako A_f). Frekvencia zaťažovania bola vo všetkých prípadoch rovnaká, a to 0,2 Hz.

V oboch skupinách boli vzorky zaťažované tak, aby počas cyklovania v jednej z nich dochádzalo k takmer úplnej transformácii austenitu na martenzit, v druhej (v prípade skupiny B v druhej a v tretej) k čiastočnej a v poslednej len k minimálnej transformácii. Každé z telies bolo upnuté s rôznou vzdialenosťou medzi čelustami, čo ovplyvnilo uhlové pretvorenie γ , ktoré pri namáhaní krutom reprezentuje relatívnu deformáciu. Základné údaje o vzorkách sú zhrnuté v tab. 4.1.

Tab. 4.1: Prehľad skúšobných vzoriek

skupina	vzorka	amplitúda natočenia [°]	vzdialenosť medzi čelustami [mm]	maximálne uhlové pretvorenie [-]
A	A1	40	10,4	0,128
	A2	21	14,1	0,050
	A3	53	12,2	0,144
B	B1	60	13,8	0,145
	B2	40	14,5	0,092
	B3	18	13,6	0,044
	B4	40	15,0	0,089

Použitým skúšobným strojom bolo servohydraulické testovacie zariadenie INSTRON 8801, zobrazené na obr. 4.1, ktoré po krokoch zaznamenávalo krútiaci moment na upínacích čelustiach v závislosti na ich vzájomnom natočení. Tieto údaje sme následne prepočítali na závislosť šmykové napätie τ – uhlové pretvorenie γ pomocou už známych vzorcov pre krut. Maximálne uhlové pretvorenie vypočítame z rovnice (10), kde R je polomer drôťku, L je vzdialenosť medzi čelustami a φ je vzájomné natočenie čelustí. Maximálne šmykové napätie, ktoré vzniká na povrchu drôťku určíme z rovnice (8), pričom polárny kvadratický moment kruhového prierezu je pre naše vzorky rovný:

$$J_p = \frac{\pi \cdot d^4}{32} = 20,7 \text{ mm}^4 \quad (19)$$



Obr. 4.1: Servohydraulické testovacie zariadenie INSTRON 8801
(Zdroj: <http://www.instron.com>)

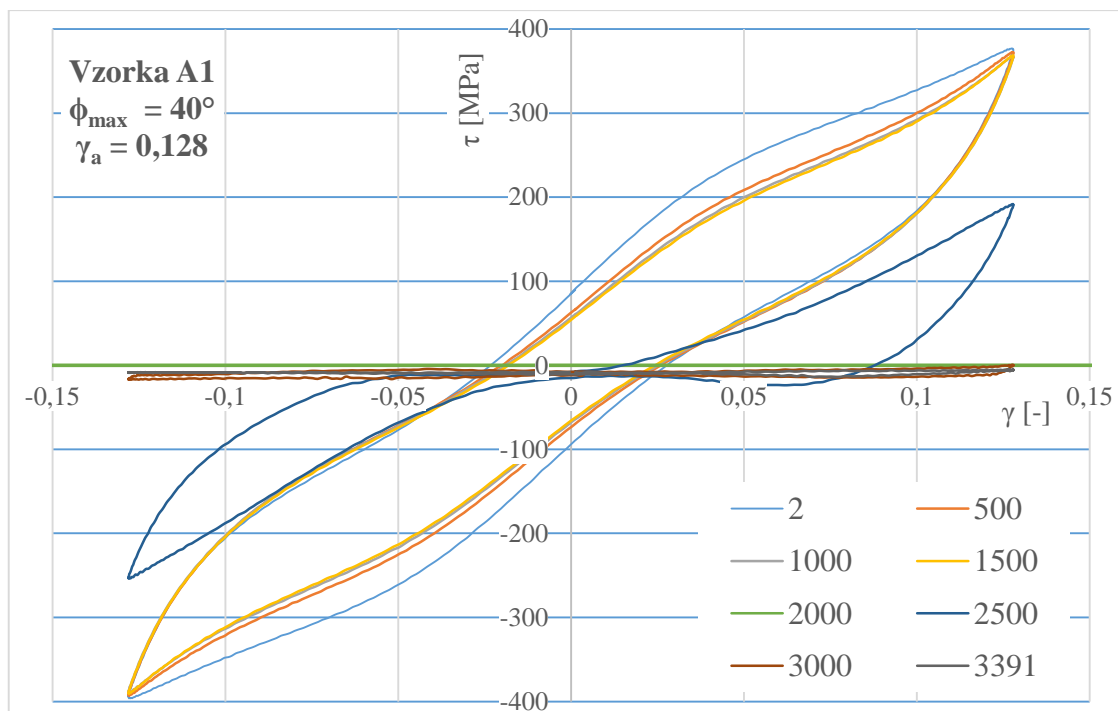
Napätie vypočítané pomocou rovnice (8) je samozrejme napätie zmluvné, lebo počítame s tým, že prierez drôťku je po celú dobu konštantný. Vplyvom degradačných zmien spôsobených únavovým procesom prebiehajúcim v materiáli, menovite vplyvom šírenia únavových trhlin v poslednom štádiu tohto procesu, sa však prierez drôťku začne znižovať a moment potrebný pre vyvolanie určitej hodnoty deformácie začne klesať. Tým dochádza aj k prudkému poklesu zmluvnej hodnoty napätia, ale skutočné napätie sa nemení.

5 Spracovanie výsledkov a diskusia

5.1 Zmeny mechanických vlastností

Na základe hodnôt zaznamenaných skúšobným zariadením, resp. hodnôt prepočítaných pomocou vzorcov (7) a (8), boli zostrojené grafy závislosti τ - γ pre jednotlivé cykly. Obr. 5.1 ukazuje, ako sa s rastúcim počtom cyklov mení tvar a poloha hysterézných slučiek vzorky A1. Mechanické vlastnosti zliatiny sa postupne menia a hodnota napätia, pri ktorej prebieha transformácia austenitu na martenzit postupne klesá. Tieto zmeny sú viditeľnejšie pri prvých 50 - 100 cykloch, potom pomaly dochádza k saturácii, čo je v súlade s teóriou popísanou v kapitole 2.1. Zaujímavé však je, že hodnota plastickej deformácie po tejto saturácii je prakticky takmer rovnaká ako pri prvých cykloch a nie výrazne vyššia, ako by sme možno očakávali. To môže byť zapríčinené tým, že pri namáhaní krutom s amplitúdou $\pm\gamma_a$ sa počas každého cyklu smer namáhania mení. To spôsobuje, že plastická deformácia sa akumuluje v dvoch navzájom opačných smeroch a tieto zložky sa navzájom zdanlivo vyrušia [2]. Zmeny v mikroštruktúre v dôsledku cyklovania ale napriek tomu nastávajú, mení sa hustota porúch kryštalickej mriežky a v dôsledku toho sa menia aj mechanické vlastnosti materiálu.

Po určitom počte cyklov (v prípade vzorky A1 na obr. 5.1 sa jedná o cca 2300 cyklov) začne tuhosť skúšobného telesa prudko klesať, čo si na obr. 5.1 môžeme všimnúť v podobe obrovskej zmeny maximálneho (zmluvného) napätia medzi cyklami č. 2000 a 2500 v porovnaní so zmenou medzi cyklami č. 1000 a 1500. Tento pokles tuhosti je s najväčšou pravdepodobnosťou dôsledkom toho, že po saturácii mechanických vlastností prešlo únavové porušovanie skúšaného materiálu do vyšších štádií a začal sa proces vzniku a šírenia únavových trhlin spôsobený cyklickou plastickou deformáciou. To spôsobilo zníženie konštrukčnej tuhosti skúšobného telesa, teda zmenšenie jeho prierezu v dôsledku šírenia týchto trhlin.



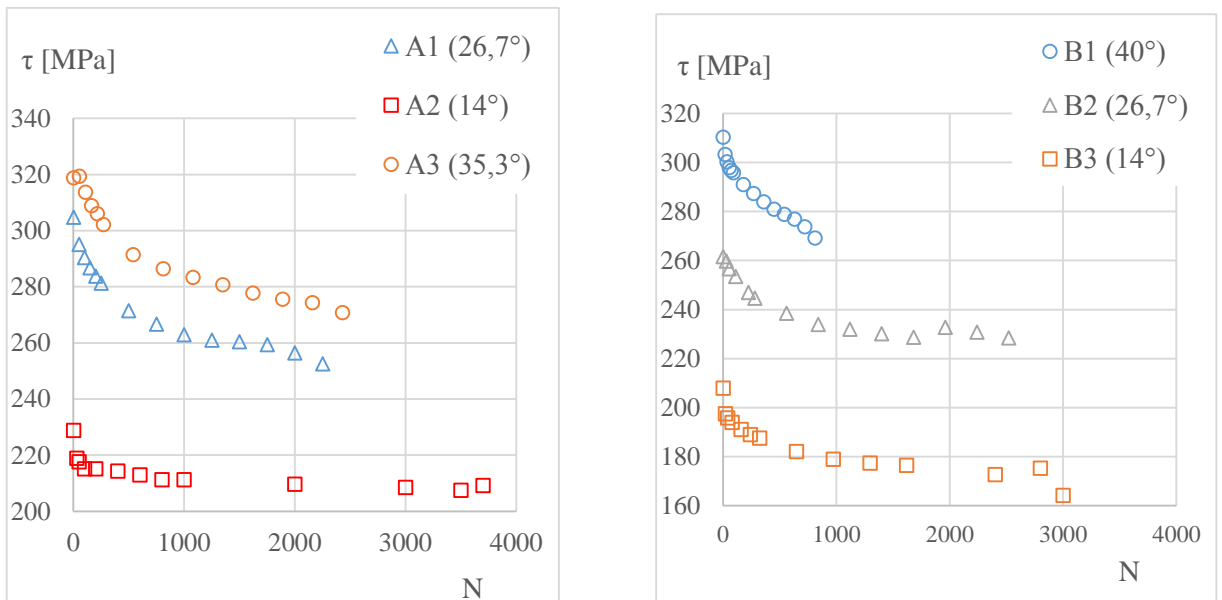
Obr. 5.1: Vývoj hysterézných slučiek vzorky A1 s rastúcim počtom cyklov

K definitívnemu pretrhnutiu vzorky A1 došlo až po 3391 cykloch, ale materiál vďaka šíreniu únavovej trhliny svoje požadované vlastnosti evidentne stratil už po spomínaných 2300 cykloch, preto budeme toto číslo považovať za počet cyklov do lomu N_f . Počty cyklov do lomu všetkých vzoriek sú zhrnuté v tab. 5.1.

Tab. 5.1: Prehľad počtu cyklov do lomu

skupina	vzorka	$\pm\varphi_{\max}$	N_f
A	A1	40°	2300
	A2	21°	9150
	A3	53°	2450
B	B1	60°	800
	B2	40°	2600
	B3	18°	14650
	B4	40°	3500

Rovnaký priebeh nastal aj u ostatných skúšok, grafy s vývojom hysterézných slučiek všetkých vzoriek sa nachádzajú v prílohe A. Najskôr v prvých 50-100 cykloch nastali prudké zmeny, potom postupne došlo k saturácii vlastností a po cca 500 cykloch sa už vzorky správali v podstate stabilne. Všeobecne môžeme povedať, že počet cyklov potrebný pre saturáciu vlastností bol priamo úmerný amplitúde uhlového pretvorenia, čo je vidieť z obr. 5.2. K ideálnej saturácii ale najmä u vzoriek s vyššou amplitúdou deformácie nedošlo a určité zmeny prebiehali až do lomu. Tomu by sa mohlo zabrániť prostredníctvom optimalizácie termomechanického spracovania materiálu. Hodnoty napätia uvedené na obr. 5.2 zodpovedajú 66,7 % amplitúdy natočenia, aby vo všetkých prípadoch spadali do horného platô.



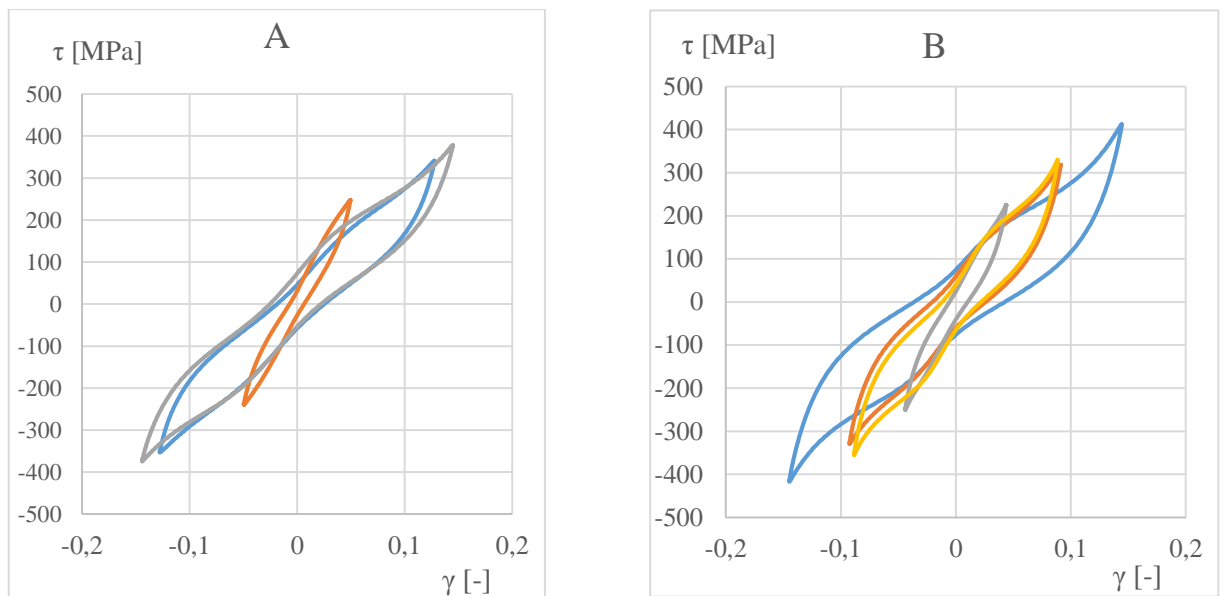
Obr. 5.2: Pokles napätia fázovej premeny a) skupina vzoriek A, b) skupina B

5.2 Saturované krivky

Naším ďalším cieľom bolo zistiť či sa horné vetvy saturovaných slučiek prekrývajú, inak povedané, či sa mechanické vlastnosti ustálili rovnakým spôsobom pri všetkých amplitúdach deformácie. Na obr. 5.3 sú zobrazené saturované krivky τ - γ zo všetkých skúšok, pre obe skupiny vzoriek zvlášť. Môžeme si všimnúť, že v oblasti horného plató sa krivky veľmi približujú, čo znamená, že stabilizácia napätia fázovej transformácie τ^{Ms} , resp. τ^{Mf} skutočne prakticky nezávisela na amplitúde deformácie pri zaťažovaní.

Sklony kriviek v oblasti počiatku zaťažovania sa výrazne líšia. To je spôsobené tým, že fázová premena nie je stopercentne vratná a po odľahčení ostane v skúšobnom telese určitý podiel martenzitu. Tento podiel je pre rôzne amplitúdy deformácie odlišný a keďže modul pružnosti martenzitu je výrazne nižší ako modul austenitu, krivky pre väčšie amplitúdy deformácie majú menší sklon, čo súvisí práve s modulom pružnosti.

Zásadné rozdiely vidíme na obr. 5.3 aj v „špičke“ napätia, ktorá evidentne vyčnieva nad horné plató. Tie vznikajú v dôsledku toho, že po prekonaní horného plató dochádza k plastickej deformácii vznikajúceho martenzitu.



Obr. 5.3: Porovnanie saturovaných kriviek pre rôzne amplitúdy natočenia,
a) skupina A b) skupina B

5.3 Disipácia energie a tlmenie vibrácií

Ďalej sme vyhodnocovali vplyv cyklického mechanického zaťažovania na schopnosť NiTi materiálu rozptyľovať mechanickú energiu. Plochu ohraničenú hysteréznymi slučkami reprezentujúcu hustotu disipovanej mechanickej energie pre jednotlivé cykly je možné z nameraných dát spočítať pomocou numerickej integrácie, a to ako integrál napätia podľa uhlového pretvorenia cez celý cyklus (n nameraných hodnôt). Použil som lichobežníkovú formulu:

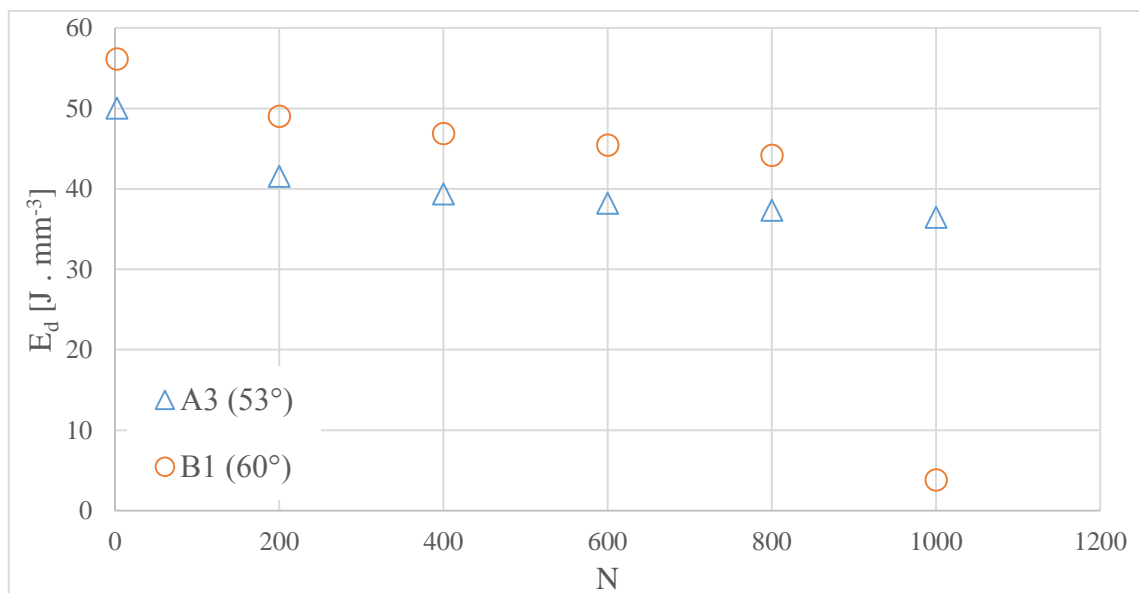
$$E_d = \sum_{i=2}^n \left[\frac{\tau_i + \tau_{i-1}}{2} \cdot (\gamma_i - \gamma_{i-1}) \right] \quad (20)$$

Výsledky načrtnuté v grafe na obr. 5.4 potvrdzujú teóriu a opäť ukazujú, že dochádza k saturácii vlastností, pričom schopnosť materiálu disipovať energiu s rastúcim počtom cyklov klesá. Vidíme, že pri približne rovnakej amplitúde deformácie má materiál žiháný na vyššiu teplotu schopnosť disipovať väčšie množstvo mechanickej energie ako ten žiháný na nižšej teplote, čo sa dá na prvý pohľad usúdiť aj podľa saturovaných kriviek, ktoré sú v prípade skupiny B širšie.

Schopnosť tlmenia vibrácií ako takú je možné popísať za pomoci ekvivalentného koeficientu viskózneho tlmenia ξ_{eq} [9], ktorý dáva do pomeru disipovanú energiu a celkovú prácu vynaloženú na zdeformovanie materiálu. Ten sa vypočíta podľa vzorca [9]:

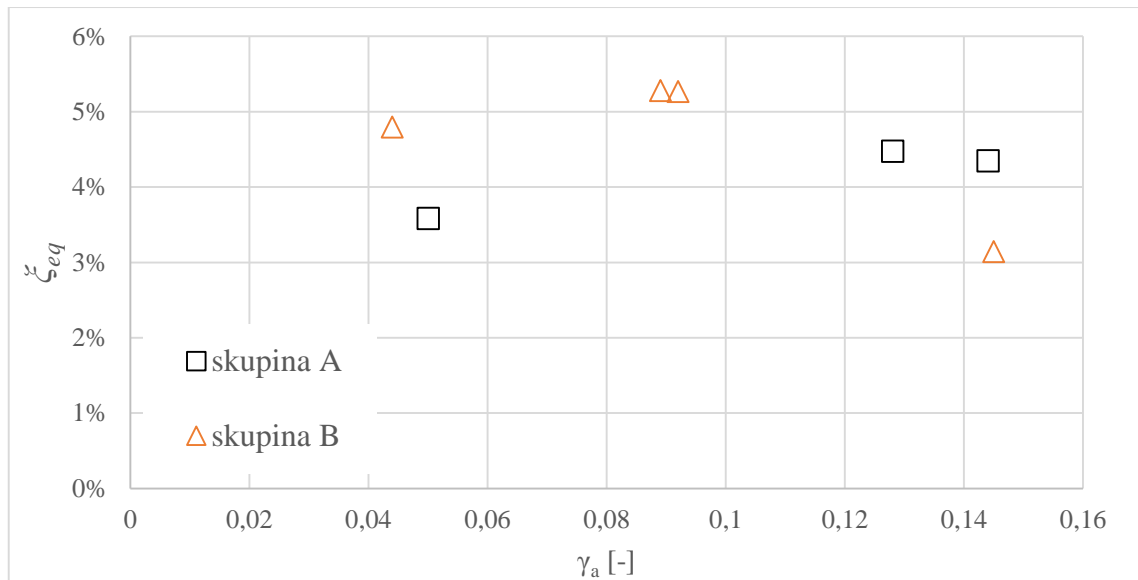
$$\xi_{eq} = \frac{1}{4\pi} \cdot \frac{E_d}{E_{def}} \quad (21)$$

kde E_{def} je hustota celkovej deformačnej energie pre daný cyklus. Obr. 5.5 zobrazuje závislosť ξ_{eq} po saturácii vlastností (po 700 ubehnutých cykloch) na amplitúde deformácie pre obe skupiny vzoriek. Z týchto údajov vyplýva, že z hľadiska schopnosti tlmenia vibrácií najlepšie obstáli vzorky, u ktorých dochádzalo k čiastočnej fázovej transformácii a boli žihané na vyššej teplote.



Obr. 5.4: Zmena schopnosti disipovať mechanickú energiu s rastúcim počtom cyklov, porovnanie vzoriek A3 a B1 s rovnakou amplitúdou deformácie

Celkovo môžeme povedať, že schopnosť disipovať mechanickú energiu, ako aj schopnosť tlmiť vibrácie majú podľa našich meraní lepšiu drôťky vyžíhané na teplote 450 °C. Pre overenie tejto hypotézy by však boli pravdepodobne potrebné ďalšie merania, s širším rozsahom amplitúd deformácie a pre rôzne hodnoty rýchlosti zaťažovania, ktorá môže mať na tieto schopnosti NiTi zliatin značný vplyv [11].



Obr. 5.5: Ekvivalentný koeficient viskózneho tlmenia pre rôzne amplitúdy natočenia

5.4 Posúdenie únavovej životnosti

Nakoniec bolo možné zo známych hodnôt počtu cyklov do lomu N_f , zostrojiť krivky únavovej životnosti (obr. 5.6) a následne posúdiť vplyv tepelného spracovania na životnosť testovanej NiTi zliatiny.

Keďže skúšaný materiál vykazuje v dôsledku fázovej premeny vyvolanej mechanickým zaťažovaním nelineárne elastické správanie, parametre vystupujúce v Basquinovej závislosti (4), resp. v jej tvare pre krut, nie je jednoduché určiť. Za predpokladu, že ide o nízkokycklovú únavu, kde prevláda vplyv plastickej zložky deformácie nad elastickou, sa uspokojíme s Manson-Coffinovou závislosťou amplitúdy plastickej deformácie na počte polcyklov do lomu:

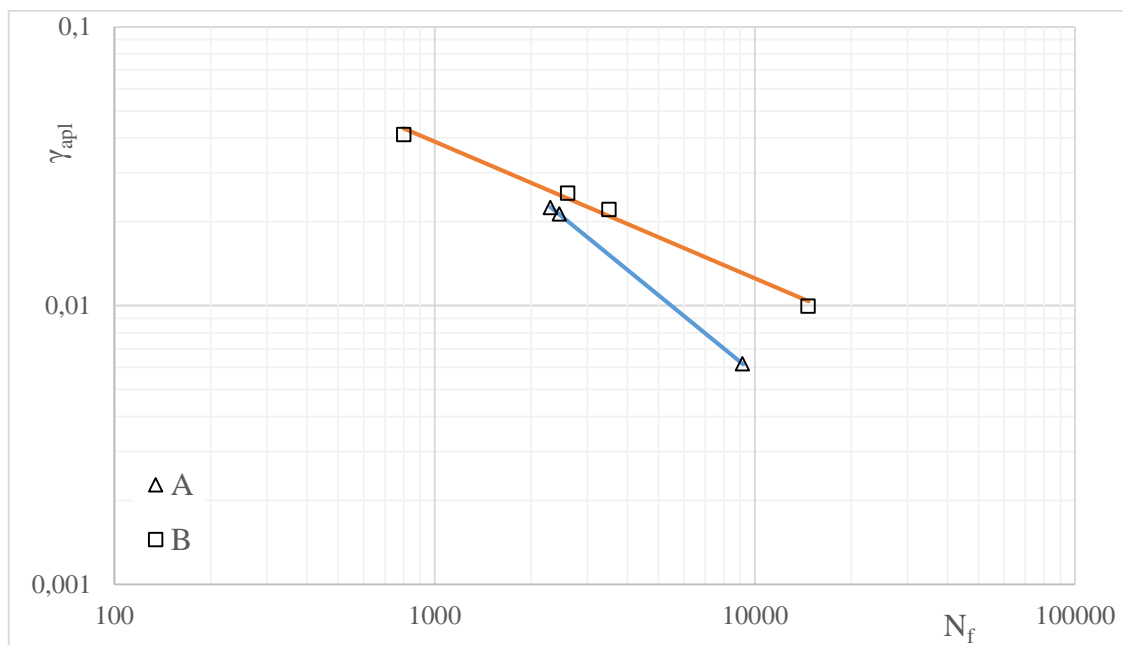
$$\gamma_{a_{pl}} = \gamma'_f \cdot (2N_f)^c \quad (22)$$

Zlogaritmovaním tejto rovnice a jednoduchou matematickou úpravou dostaneme vzťah:

$$\log(\gamma_{a_{pl}}) = \log(\gamma'_f) + c \cdot \log(2N_f) \quad (23)$$

čo je vlastne rovnica priamky. Ak teda zlogaritmuje hodnoty N_f a $\gamma_{a_{pl}}$ pre jednotlivé vzorky a tie potom pomocou lineárnej regresie preložíme priamkou, z regresných parametrov získame parametre Manson-Coffinovej krivky.

Iný typ krivky popisujúcej únavovú životnosť NiTi zliatin ponúkajú vo svojej práci Monumni et al. [12]. Ide o závislosť plochy hysteréznej slučky, teda hustoty disipovanej mechanickej energie, v polovici únavového života $E_{d\ 0,5\ N_f}$ na počte cyklov do lomu. Ďalšou možnosťou, ktorú v prípade nízkocyklovej únavy NiTi zliatin vo svojich prácach využili viacerí autori predtým [13, 14], je náhrada amplitúdy plastickej zložky deformácie v Manson-Coffinovej závislosti amplitúdou celkovej deformácie γ_a . Takéto krivky pre obe skupiny skúšobných vzoriek sú vidieť na obr. 5.7, resp. obr. 5.8.



Obr. 5.6: Manson-Coffinove krivky únavovej životnosti v logaritmickej mierke

Všetky uvedené závislosti majú tvar:

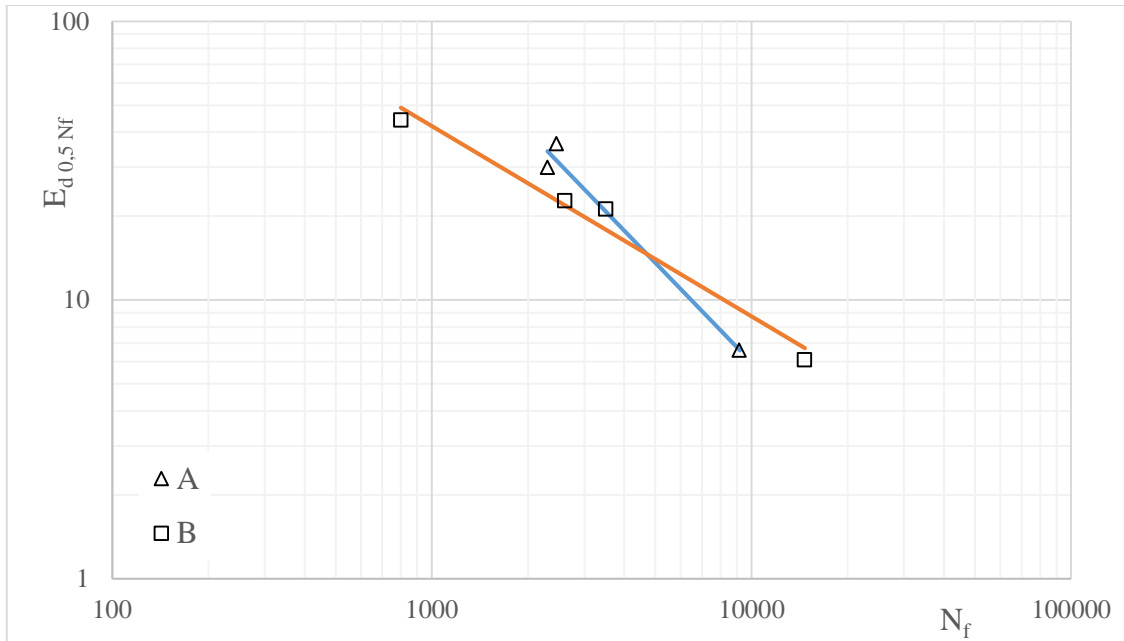
$$X = k \cdot (2N_f)^n \quad (24)$$

kde X je veličina, ktorej vplyv na únavovú životnosť materiálu popisujeme a symboly k a n značia parametre daných kriviek, získané vyššie uvedeným spôsobom. Tieto parametre sú zhrnuté v tabuľke 5.2.

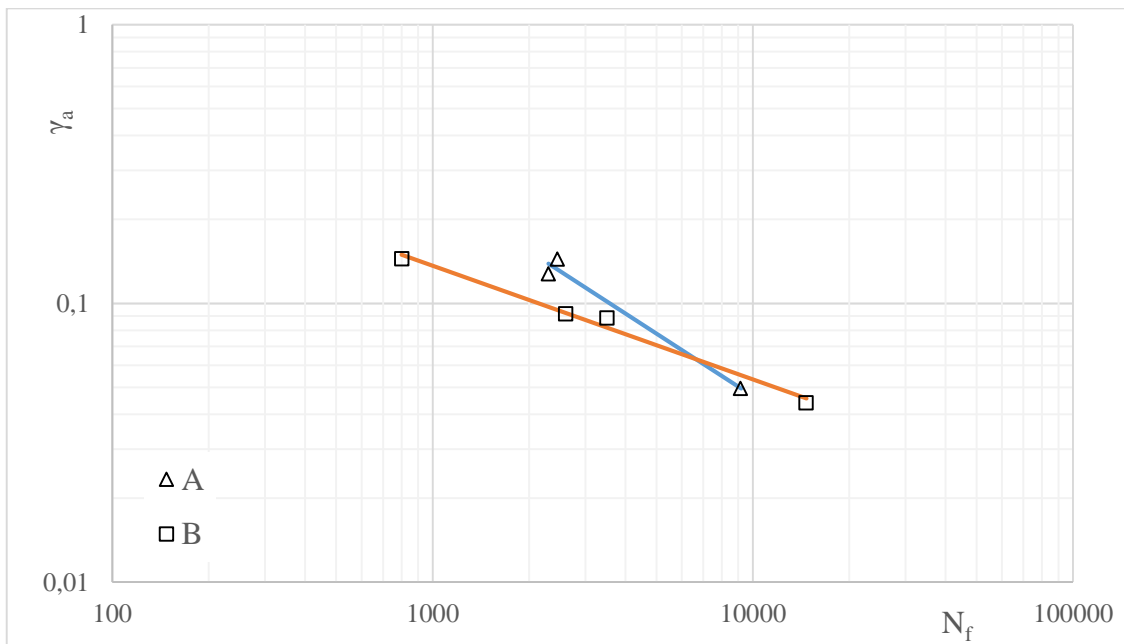
Tab. 5.2: Parametre kriviek únavovej životnosti

skupina	parameter	$\gamma_{apl} - N_f$	$\gamma_a - N_f$	$E_{d\ 0,5\ N_f} - N_f$
A	k	60,98	73,67	7,509e5
	n	-0,9370	-0,7439	-1,186
B	k	1,606	3,038	7537
	n	-0,4900	-0,4081	-0,6825

Podľa údajov z tab. 5.2 a rovnako aj podľa obr. 5.6 až 5.8 je zrejmé, že všetky krivky pre skupinu A, ktorú tvoria vzorky vyžíhané na teplote 400 °C, sú strmšie ako v prípade skupiny B, kde je materiál žíhaný na 450 °C. Podľa toho sa dá usúdiť, že pre väčšie amplitúdy deformácie má vyššiu životnosť materiál žíhaný na nižšej teplote a pre menšie deformácie je na tom z tohto hľadiska naopak lepšie materiál žíhaný na vyššej teplote.



Obr. 5.7: Krivky závislosti plochy hysteréznej slučky v polovici únavového života na počte cyklov do lomu



Obr. 5.8: Krivky závislosti amplitúdy celkovej deformácie na počte cyklov do lomu

Tu je však na mieste dodať, že pre dôkladné posúdenie únavovej životnosti NiTi zliatin zaťažovaných krutom a toho, aký vplyv na ňu má tepelné spracovanie by však bolo v budúcnosti určite potrebné previesť väčšie množstvo meraní. Okrem toho sme pozorovali, že únavová trhlina, ktorá viedla k lomu, sa pri všetkých skúškach šírila z miesta upnutia vzorky, čo určite nie je ideálne. Upínacie čeľuste vyvolali na skúšobnom telese tlak, ktorý mohol zásadne ovplyvňovať fázovú premenu a miesto upnutia sa navyše stalo koncentrátorom napätia, čo viedlo práve k vzniku a šíreniu únavovej trhliny. Pri budúcich meraniach by bolo preto vhodné zamyslieť sa nad iným spôsobom upnutia, ktorý by mohol tento efekt eliminovať.

Záver

Cieľom tejto práce bolo spracovanie experimentálnych výsledkov únavových skúšok zliatiny s tvarovou pamäťou na báze NiTi cyklicky namáhanej krutom a porovnať dve skupiny vzoriek s odlišnou teplotou žihania. Na základe analýzy závislosti krútiaceho momentu na uhle natočenia v priebehu cyklovania, ktorá bola výstupom z týchto skúšok, je možné stanoviť tieto závery:

- Mechanické vlastnosti NiTi zliatiny sa s rastúcim počtom cyklov menili, pričom tieto zmeny mali saturačný charakter a najvýraznejšie boli počas prvých pár desiatok cyklov.
- Počet cyklov potrebný k saturácii vlastností sa zvyšoval s rastúcou amplitúdou deformácie. K ideálnej saturácii vlastností nedošlo, zmeniť by to mohla optimalizácia termomechanického spracovania materiálu.
- Transformačné napätie τ^{Ms} s pribúdajúcimi cyklami klesalo.
- Plastická deformácia vplyvom cyklovania výrazne nerastie, pretože pri striedavom krute sa smer jej akumulácie s každým polcyklom otáča.
- Saturované krivky závislosti napätia na deformácii boli v oblasti horného platá takmer identické. Rozdiely v oblasti počiatku zaťažovania boli spôsobené rôznym podielom zvyškového martenzitu ostávajúceho v materiáli po odľahčení zaťaženia. „Špičky“ napätia v oblasti nad horným platá boli zapríčinené plastickou deformáciou martenzitickej fázy.
- Z hľadiska schopnosti disipovať mechanickú energiu a tlmiť vibrácie mal lepšie výsledky materiál žiháný na vyššej teplote, t. j. 450 °C.
- Podľa všetkých troch použitých kritérií únavovej životnosti, menovite závislosti amplitúdy plastickej deformácie, amplitúdy celkovej deformácie a plochy ohraničenej deformačnou slučkou v polovici únavového života na počte cyklov do lomu obstál pre menšie amplitúdy deformácie lepšie materiál žiháný na 400 °C (strmšia krivka únavovej životnosti) a pre väčšie deformácie naopak materiál žiháný na 450 °C.
- Porušenie materiálu nastalo vo všetkých prípadoch v blízkosti miesta upnutia vzorky v čeľustiach, preto by bolo vhodné pri budúcich meraniach zvážiť iný spôsob upnutia.
- Na základe nízkeho počtu skúšaných vzoriek je treba skonštatovať, že pre dôkladnejšie posúdenie vplyvu tepelného spracovania a amplitúdy deformácie na nízkokycklovú únavu NiTi zliatiny zaťažovanej cyklickým krutom by bolo v budúcnosti jednoznačne potrebné previesť viacej experimentov.

Zoznam použitej literatúry

- [1] LAGOUDAS, D. C. *Shape memory alloys: Modeling and engineering applications*. Prvé vydanie. New York : Springer, 2008. 436 s. ISBN 978-0-387-47684-1
- [2] LEXCELLENT, C. *Shape memory alloys handbook*. Prvé vydanie. London: ISTE Ltd, 2013. 379 s. ISBN: 978-1-84821-434-7
- [3] VOJTĚCH D. et al. Effects of short-time heat treatment and subsequent chemical surface treatment on the mechanical properties, low-cycle fatigue behavior and corrosion resistance of a Ni–Ti (50.9 at.% Ni) biomedical alloy wire used for the manufacture of stents. *Materials Science and Engineering: A* [online], 2011, vol. 528, no. 3, s. 1864-1876. ISSN 0921-5093. Dostupné z WWW: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509310012086>
- [4] YAN, X. J. et al. Influence of heat treatment on the fatigue life of a laser-welded NiTi alloy wire. *Materials Characterization*, 2007, vol. 58, no. 3, s. 262-266. ISSN 1044-5803. Dostupné z WWW: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1044580306001252>
- [5] ROBERTSON, S. W.; PELTON, A.; RITCHIE, R. O. Mechanical fatigue and fracture of Nitinol. *International Materials Reviews*, 2012, vol. 57, no. 1. ISSN 0950-6608. Dostupné z WWW: https://www.researchgate.net/profile/Alan_Pelton2/publication/233516110_Mechanical_fatigue_and_fracture_of_Nitinol/links/0f31753ce1503e97fb000000.pdf
- [6] PANTĚLEJEV, L. Únava kovových materiálů. *Opory pro výuku předmětů na ÚMVI* [online]. 2007 [citované 2016-04-02]. Dostupné z WWW: <http://ime.fme.vutbr.cz/studijni%20opory.html>
- [7] JANÍČEK, P.; ONDRÁČEK, E.; VRBKA, J.; BURŠA, J. *Mechanika těles: Pružnost a pevnost I*. Tretie vydanie. Brno: CERM, 2004. 287 s. ISBN 80-214-2592-X
- [8] KOVAČIK, J.; BENIAČ, M. *Pružnosť a pevnosť pre špeciálne inžinierstvo*. Druhé vydanie. Žilina: EDIS, 2005. 192 s. ISBN 80-8070-433-3
- [9] MCCORMICK, J.; DESROCHES, R.; FUGAZZA, D.; AURICCHIO, F. Seismic Vibration Control Using Superelastic Shape Memory Alloys. *Journal of Engineering Materials and Technology*, July 2016, vol. 128, s. 294-301. ISSN 0094-4289. Dostupné z doi: 10.1115/1.2203109
- [10] RUNCIMAN, A. et al. An equivalent strain/Cofin-Manson approach to multiaxial fatigue and life prediction in superelastic Nitinol medical devices. *Biomaterials*, 2011, vol. 57, no.3. Dostupné z doi: 10.1016/j.biomaterials.2011.03.057
- [11] FUGAZZA, D. *Experimental investigation of the cyclic properties of superelastic NiTi memory alloy wires and bars*. Pavia: Università degli studi di Pavia, 2005. 28 s. Individual study submitted in partial fulfillment of the requirements for the Doctor of Philosophy degree in earthquake engineering. Supervisors: Prof. Ferdinando Auricchio and prof. Reginald DesRoches
- [12] MOUMNI, Z.; HERPEN, A. V.; RIBERTY, P. Fatigue analysis of shape memory alloys: energy approach. *Smart materials and structures*, 2005, vol. 14, s. 287-292. ISSN 1361-665X. Dostupné z doi: 10.1088/0964-1726/14/5/017

- [13] EISELSTEIN, L. E.; SIRE R. A.; JAMES B. A. Review of Fatigue and Fracture Behavior in NiTi. In *Medical Device Materials III: Proceedings of the Materials & Processes for Medical Devices Conference, Boston, November 14 - 16 2005*. Ed. Ramakrishna VENUGOPALAN et al. Prvé vydanie. Ohio: ASM International, 2006. ISBN 0-87170-845-0
- [14] MELTON, K. N.; MERCIER, O. The Effect of Martensitic Phase Transformation on the Low Cycle Fatigue Behavior of Polycrystalline Ni-Ti and Cu-Zn-Al Alloys. *Material science and engineering*, 1979, vol. 40, s. 81-87

Zoznam použitých symbolov a skratiek

A		austenit
A _f	[°C]	teplota konca premeny M → A pri nulovom napätí, z angl. <i>austenite finish</i>
A _f ^σ	[°C]	teplota konca premeny M → A pri nenulovom napätí
A _s	[°C]	teplota konca premeny M → A pri nulovom napätí, z angl. <i>austenite start</i>
A _s ^σ	[°C]	teplota konca premeny M → A pri nenulovom napätí
b	[-]	exponent únavovej životnosti z Basquinovho vzťahu
c	[-]	exponent únavovej životnosti z Manson-Coffinovho vzťahu
d	[mm]	priemer drôtičku
DSC		z angl. <i>Differential scanning calorimetry</i>
E	[MPa]	Youngov modul pružnosti (všeobecne)
E _A	[MPa]	Youngov modul pružnosti austenitu
E _d	[J·m ⁻³]	hustota energie disipovanej počas jedného cyklu (všeobecne)
E _{d 0,5 Nf}	[J·m ⁻³]	hustota energie disipovanej počas jedného cyklu v polovici cyklov do lomu
E _{def}	[J·m ⁻³]	hustota celkovej deformačnej energie akumulovanej počas jedného cyklu
E _M	[MPa]	Youngov modul pružnosti martenzitu
FCC		plošne centrovaná kubická (mriežka), z angl. <i>Face Centered Cubic</i>
G	[MPa]	modul pružnosti v šmyku (všeobecne)
G _A	[MPa]	modul pružnosti austenitu v šmyku
G _M	[MPa]	modul pružnosti martenzitu v šmyku
J _p	[mm ⁴]	kvadratický polárny moment (kruhového) prierezu
k	[-]	koeficient pre určenie únavovej životnosti (všeobecne)

L	[mm]	dĺžka drôťiku vystavená pôsobeniu krútiaceho momentu
l	[mm]	vzdialenosť v smere osi prútu
M		martenzit
M _d		deformovaný („oddvojčatený“) martenzit, z angl. <i>detwinned</i>
M _f	[°C]	teplota konca premeny u A → M pri nulovom napätí, z angl. <i>martensite finish</i>
M _f ^σ	[°C]	teplota konca premeny A → M pri nenulovom napätí
M _k	[Nm]	krútiaci moment
M _k ^{Af}	[Nm]	krútiaci moment na konci premeny A → M
M _k ^{Mf}	[Nm]	krútiaci moment na konci premeny A → M
M _k ^{Ms}	[Nm]	krútiaci moment na začiatku premeny A → M
M _s	[°C]	teplota začiatku premeny A → M pri nulovom napätí, z angl. <i>martensite start</i>
M _s ^σ	[°C]	teplota začiatku premeny u A → M pri nenulovom napätí
M _t		nedeformovaný martenzit, z angl. <i>twinned</i>
n	[-]	exponent pre určenie únavovej životnosti (všeobecne)
N _f	[-]	počet cyklov do lomu
NiTi		zliatina niklu a titánu
N _p	[-]	počet cyklov do začiatku prepadu tuhosti
R	[mm]	polomer drôťiku
r	[mm]	vzdialenosť od strednice drôťiku
SMA		zliatiny s tvarovou pamäťou, z angl. <i>shape memory alloys</i>
T	[°C]	teplota
X		veličina určujúca únavovú životnosť (všeobecne)
γ	[-]	uhlové pretvorenie
γ _f	[-]	koefficient únavovej ťažnosti v šmyku

γ_a	[-]	amplitúda celkovej deformácie krútením
$\gamma_{a\text{ pl}}$	[-]	amplitúda plastickej deformácie krútením
ΔH	[J]	latentné teplo fázovej premeny
ε	[-]	dĺžkové pretvorenie
ε'_f	[-]	koeficient únavovej ťažnosti
$\varepsilon_{a\text{ pl}}$	[-]	amplitúda plastickej deformácie
ϑ	[mm ⁻¹]	pomerný uhol skrútenia
ξ_{eq}	[-]	koeficient ekvivalentného viskózneho tlmenia
σ	[MPa]	normálové napätie
σ'_f	[MPa]	koeficient únavovej pevnosti
σ_a	[MPa]	amplitúda normálového napätia
σ^{Af}	[MPa]	napätie na konci premeny M → A pri danej teplote
σ^{As}	[MPa]	napätie na začiatku premeny M → A pri danej teplote
σ_c	[MPa]	medza únavy
σ_f	[MPa]	napätie, pri ktorom končí reorientácia atómov v kryštáli martenzitu jedným smerom, z angl. <i>detwinning finish stress</i>
σ_m	[MPa]	stredné normálové napätie
σ^{Mf}	[MPa]	napätie na konci premeny A → M pri danej teplote
σ^{Ms}	[MPa]	napätie na začiatku premeny A → M pri danej teplote
σ_s	[MPa]	napätie, pri ktorom začína reorientácia atómov v kryštáli martenzitu jedným smerom, z angl. <i>detwinning start stress</i>
τ	[MPa]	šmykové napätie
τ^{Af}	[MPa]	šmykové napätie na konci premeny M → A pri danej teplote
τ^{Ms}	[MPa]	šmykové napätie na začiatku premeny A → M pri danej teplote
φ	[°]	uhol skrútenia

Zoznam príloh

Príloha A – Vývoj hysteréznych slučiek všetkých vzoriek

- Vzorka A1, $\varphi_{\max} = 40^\circ$, $\gamma_a = 0,128$
- Vzorka A2, $\varphi_{\max} = 21^\circ$, $\gamma_a = 0,050$
- Vzorka A3, $\varphi_{\max} = 53^\circ$, $\gamma_a = 0,144$
- Vzorka B1, $\varphi_{\max} = 60^\circ$, $\gamma_a = 0,145$
- Vzorka B2, $\varphi_{\max} = 40^\circ$, $\gamma_a = 0,092$
- Vzorka B3, $\varphi_{\max} = 18^\circ$, $\gamma_a = 0,044$
- Vzorka B4, $\varphi_{\max} = 40^\circ$, $\gamma_a = 0,089$

Príloha A – Vývoj hysterézných slučiek všetkých vzoriek

